

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies –

Part 5-2: General test methods for materials and assemblies – Soldering flux for printed board assemblies

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles –

Partie 5-2: Méthodes d'essai générales pour les matériaux et les assemblages – Flux de brasage pour les assemblages de cartes imprimées



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2015 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 15 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

More than 60 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

Recherche de publications IEC - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 15 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

Plus de 60 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies –
Part 5-2: General test methods for materials and assemblies – Soldering flux for printed board assemblies**

**Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles –
Partie 5-2: Méthodes d'essai générales pour les matériaux et les assemblages –
Flux de brasage pour les assemblages de cartes imprimées**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.180

ISBN 978-2-8322-1997-3

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	8
2 Normative references	8
3 Accuracy, precision and resolution	8
3.1 General.....	8
3.2 Accuracy.....	9
3.3 Precision.....	9
3.4 Resolution	10
3.5 Report.....	10
3.6 Student's <i>t</i> distribution	10
3.7 Suggested uncertainty limits	11
4 C: Chemical test methods.....	12
4.1 Test 5-2C01: Corrosion, flux	12
4.1.1 Object.....	12
4.1.2 Test specimen	12
4.1.3 Apparatus and reagents.....	12
4.1.4 Procedures	12
4.1.5 Additional information	14
4.2 Test 5-2C02: Determination of acid value of liquid soldering flux potentiometric and visual titration methods	14
4.2.1 Object.....	14
4.2.2 Test specimen	14
4.2.3 Apparatus and reagents.....	14
4.2.4 Procedures	15
4.2.5 Additional information	16
4.3 Test 5-2C03: Acid number of rosin.....	16
4.4 Test 5-2C04: Determination of halides in fluxes, silver chromate method	16
4.4.1 Object.....	16
4.4.2 Test specimen	17
4.4.3 Apparatus and reagents.....	17
4.4.4 Procedure.....	17
4.4.5 Evaluation	17
4.4.6 Additional information	17
4.5 Test 5-2C05: Solids content, flux	18
4.5.1 Object.....	18
4.5.2 Test specimen	18
4.5.3 Apparatus and reagents.....	18
4.5.4 Procedures	19
4.5.5 Evaluation	19
4.5.6 Additional information	19
4.6 Test 5-2C06: Quantitative determination of halide content in fluxes (chloride and bromide)	19
4.6.1 Object.....	19
4.6.2 Test specimen	20
4.6.3 Apparatus and reagents.....	20

4.6.4	Procedure.....	21
4.6.5	Calculations.....	22
4.6.6	Report	23
4.6.7	Additional information	23
4.7	Test 5-2C07: Qualitative analysis of fluorides and fluxes by spot test.....	24
4.7.1	Object.....	24
4.7.2	Test specimen	24
4.7.3	Apparatus and reagents.....	24
4.7.4	Procedure.....	24
4.8	Test 5-2C08: Quantitative determination of fluoride concentration in fluxes.....	24
4.8.1	Object.....	24
4.8.2	Test specimen	25
4.8.3	Apparatus and reagents.....	25
4.8.4	Procedure.....	25
4.8.5	Additional information	27
4.8.6	Informative references	27
4.9	Test 5-2C09: Specific gravity	27
4.9.1	Object.....	27
4.9.2	Test specimen	27
4.9.3	Apparatus	28
4.9.4	Test procedure	28
4.9.5	Evaluation	28
4.10	Test 5-2C10: Flux induced corrosion (copper mirror method)	28
4.10.1	Object.....	28
4.10.2	Test specimen	28
4.10.3	Apparatus and reagents.....	28
4.10.4	Procedure.....	29
4.10.5	Evaluation	29
4.10.6	Additional information	30
4.10.7	Reference documents.....	30
5	X: Miscellaneous test methods	30
5.1	Test 5-2X01: Liquid flux activity, wetting balance method.....	30
5.1.1	Object.....	30
5.1.2	Test specimen	30
5.1.3	Apparatus and reagents.....	31
5.1.4	Procedure.....	31
5.1.5	Evaluation	31
5.1.6	Additional information	31
5.2	Test 5-2X02: Spread test, liquid or extracted solder flux, solder paste and extracted cored wires or preforms	34
5.2.1	Object.....	34
5.2.2	Method A	34
5.2.3	Method B	35
5.2.4	Additional information	37
5.3	Test 5-2X03: Flux residues – Tackiness after drying	37
5.3.1	Object.....	37
5.3.2	Test specimen	37
5.3.3	Apparatus and reagents.....	37
5.3.4	Procedure.....	38

5.3.5	Evaluation	39
5.3.6	Additional information	39
Bibliography		40
Figure 1 – Chlorides and/or bromides test results		18
Figure 2 – Test equipment of specific gravity (hydrometer reading)		28
Figure 3 – Flux type classification by copper mirror test		30
Figure 4 – Wetting balance apparatus		32
Figure 5 – Wetting balance curve		33
Table 1 – Student's t distribution		11
Table 2 – Relation between halide content and mass of specimen		22
Table 3 – Mixing ratio from specimen size to water quantity		25
Table 4 – Specimen size to chloroform mixture		26
Table 5 – Typical spread areas defined in mm ²		35

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-5-2:2015

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS, PRINTED BOARDS AND OTHER INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –

Part 5-2: General test methods for materials and assemblies – Soldering flux for printed board assemblies

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61189-5-2 has been prepared by IEC technical committee 91: Electronics assembly technology.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
91/1210/FDIS	91/1223/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

This International Standard is used in conjunction with IEC 61189-1:1997, IEC 61189-2:2006, IEC 61189-3:2007.

A list of all parts in the IEC 61189 series, published under the general title *Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-5-2:2015

INTRODUCTION

IEC 61189 relates to test methods for materials or component robustness for printed board assemblies, irrespective of their method of manufacture.

The standard is divided into separate parts, covering information for the designer and the test methodology engineer or technician. Each part has a specific focus; methods are grouped according to their application and numbered sequentially as they are developed and released.

In some instances test methods developed by other TCs (for example, TC 104) have been reproduced from existing IEC standards in order to provide the reader with a comprehensive set of test methods. When this situation occurs, it will be noted on the specific test method; if the test method is reproduced with minor revisions, those paragraphs that are different are identified.

This part of IEC 61189 contains test methods for evaluating robustness of materials or component for printed board assemblies. The methods are self-contained, with sufficient detail and description so as to achieve uniformity and reproducibility in the procedures and test methodologies.

The tests shown in this standard are grouped according to the following principles:

- P: preparation/conditioning methods
- V: visual test methods
- D: dimensional test methods
- C: chemical test methods
- M: mechanical test methods
- E: electrical test methods
- N: environmental test methods
- X: miscellaneous test methods

To facilitate reference to the tests, to retain consistency of presentation, and to provide for future expansion, each test is identified by a number (assigned sequentially) added to the prefix (group code) letter showing the group to which the test method belongs.

The test method numbers have no significance with respect to an eventual test sequence; that responsibility rests with the relevant specification that calls for the method being performed. The relevant specification, in most instances, also describes pass/fail criteria.

The letter and number combinations are for reference purposes to be used by the relevant specification. Thus "5-2C01" represents the first chemical test method described in IEC 61189-5-2.

In short, in this example, 5-2 is the number of the part of IEC 61189, C is the group of methods, and 01 is the test number.

TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS, PRINTED BOARDS AND OTHER INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –

Part 5-2: General test methods for materials and assemblies – Soldering flux for printed board assemblies

1 Scope

This part of IEC 61189 is a catalogue of test methods representing methodologies and procedures that can be applied to test printed board assemblies.

This part of IEC 61189 focuses on test methods for soldering flux based on the existing IEC 61189-5 and IEC 61189-6. In addition, it includes test methods of soldering flux for lead free soldering.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 61189-5, *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies – Part 5: Test methods for printed board assemblies*

IEC 61189-6, *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies – Part 6: Test methods for materials used in manufacturing electronic assemblies*

IEC 61190-1-1, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-1: Requirements for soldering fluxes for high-quality interconnections in electronics assembly*

IEC 61190-1-3, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-3: Requirements for electronic grade solder alloys and fluxed and non-fluxed solid solders for electronic soldering applications*

ISO 9455 (all parts), *Soft soldering fluxes – Test methods*

ISO 9455-1, *Soft soldering fluxes – Test methods – Part 1: Determination of non-volatile matter, gravimetric method*

ISO 9455-2, *Soft soldering fluxes – Test methods – Part 2: Determination of non-volatile matter, ebulliometric method*

3 Accuracy, precision and resolution

3.1 General

Errors and uncertainties are inherent in all measurement processes. The information given below enables valid estimates of the amount of error and uncertainty to be taken into account.

Test data serve a number of purposes which include

- monitoring of a process;
- enhancing of confidence in quality conformance;
- arbitration between customer and supplier.

In any of these circumstances, it is essential that confidence can be placed upon the test data in terms of

- accuracy: calibration of the test instruments and/or system;
- precision: the repeatability and uncertainty of the measurement;
- resolution: the suitability of the test instrument and/or system.

3.2 Accuracy

The regime by which routine calibration of the test equipment is undertaken shall be clearly stated in the quality documentation of the supplier or agency conducting the test and should meet the requirements of ISO 9001.

The calibration shall be conducted by an agency having accreditation to a national or international measurement standard institute. There should be an uninterrupted chain of calibration to a national or international standard.

Where calibration to a national or international standard is not possible, round-robin techniques may be used and documented to enhance confidence in measurement accuracy.

The calibration interval shall normally be one year. Equipment consistently found to be outside acceptable limits of accuracy shall be subject to shortened calibration intervals. Equipment consistently found to be well within acceptable limits may be subject to relaxed calibration intervals.

A record of the calibration and maintenance history shall be maintained for each instrument. These records should state the uncertainty of the calibration technique (in $\pm$ % deviation) in order that uncertainties of measurement can be aggregated and determined.

A procedure shall be implemented to resolve any situation where an instrument is found to be outside calibration limits.

3.3 Precision

The uncertainty budget of any measurement technique is made up of both systematic and random uncertainties. All estimates shall be based upon a single confidence level, the minimum being 95 %.

Systematic uncertainties are usually the predominant contributor and will include all uncertainties not subject to random fluctuation. These include

- calibration uncertainties;
- errors due to the use of an instrument under conditions which differ from those under which it was calibrated;
- errors in the graduation of a scale of an analogue meter (scale shape error).

Random uncertainties result from numerous sources but can be deduced from repeated measurement of a standard item. Therefore, it is not necessary to isolate the individual contributions. These may include

- random fluctuations such as those due to the variation of an influence parameter. Typically, changes in atmospheric conditions reduce the repeatability of a measurement;

- uncertainty in discrimination, such as setting a pointer to a fiducial mark or interpolating between graduations on an analogue scale.

Aggregation of uncertainties: Geometric addition (root-sum-square) of uncertainties may be used in most cases. Interpolation error is normally added separately and may be accepted as being 20 % of the difference between the finest graduations of the scale of the instrument.

$$U_t = \pm \sqrt{(U_s^2 + U_r^2)} + U_i$$

where

U_t is the total uncertainty;

U_s is the systematic uncertainty;

U_r is the random uncertainty;

U_i is the interpolation error.

Determination of random uncertainties: Random uncertainty can be determined by repeated measurement of a parameter and subsequent statistical manipulation of the measured data. The technique assumes that the data exhibits a normal (Gaussian) distribution.

$$U_r = \frac{t \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

where

U_r is the random uncertainty;

n is the sample size;

t is the percentage point of the t distribution as shown in Table 1;

σ is the standard deviation (σ_{n-1}).

3.4 Resolution

It is paramount that the test equipment used is capable of sufficient resolution. Measurement systems used should be capable of resolving 10 % (or better) of the test limit tolerance.

It is accepted that some technologies will place a physical limitation upon resolution (for example, optical resolution).

3.5 Report

In addition to requirements detailed in the test specification, the report shall detail

- a) the test method used;
- b) the identity of the sample(s);
- c) the test instrumentation;
- d) the specified limit(s);
- e) an estimate of measurement uncertainty and resultant working limit(s) for the test;
- f) the detailed test results;
- g) the test date and operators' signature.

3.6 Student's t distribution

Table 1 gives values of the factor t for 95 % and 99 % confidence levels, as a function of the number of measurements.

Table 1 – Student's t distribution

Sample size	t value 95 %	t value 99 %		Sample size	t value 95 %	t value 99 %
2	12,7	63,7		14	2,16	3,01
3	4,3	9,92		15	2,14	2,98
4	3,18	5,84		16	2,13	2,95
5	2,78	4,6		17	2,12	2,92
6	2,57	4,03		18	2,11	2,9
7	2,45	3,71		19	2,1	2,88
8	2,36	3,5		20	2,09	2,86
9	2,31	3,36		21	2,08	2,83
10	2,26	3,25		22	2,075	2,82
11	2,23	3,17		23	2,07	2,81
12	2,2	3,11		24	2,065	2,8
13	2,18	3,05		25	2,06	2,79

3.7 Suggested uncertainty limits

The following target uncertainties are suggested:

- a) Voltage < 1 kV: $\pm 1,5 \%$
- b) Voltage > 1 kV: $\pm 2,5 \%$
- c) Current < 20 A: $\pm 1,5 \%$
- d) Current > 20 A: $\pm 2,5 \%$

Resistance

- e) Earth and continuity: $\pm 10 \%$
- f) Insulation: $\pm 10 \%$
- g) Frequency: $\pm 0,2 \%$

Time

- h) Interval < 60 s: $\pm 1 \text{ s}$
- i) Interval > 60 s: $\pm 2 \%$
- j) Mass < 10 g: $\pm 0,5 \%$
- k) Mass 10 g – 100 g: $\pm 1 \%$
- l) Mass > 100 g: $\pm 2 \%$
- m) Force: $\pm 2 \%$
- n) Dimension < 25 mm: $\pm 0,5 \%$
- o) Dimension > 25 mm: $\pm 0,1 \text{ mm}$
- p) Temperature < 100 °C: $\pm 1,5 \%$
- q) Temperature > 100 °C: $\pm 3,5 \%$
- r) Humidity 30 % to 75 % RH: $\pm 5 \%$ RH

Plating thicknesses

- s) Backscatter method: $\pm 10 \%$
- t) Microsection: $\pm 2 \mu\text{m}$

- u) Ionic contamination: $\pm 10 \%$

4 C: Chemical test methods

4.1 Test 5-2C01: Corrosion, flux

4.1.1 Object

This test method is designed to determine the corrosive properties of flux residues under extreme environmental conditions. A pellet of solder is melted in contact with the test flux on a sheet metal test piece. The solder is then exposed to prescribed conditions of humidity and the resulting corrosion, if any, is assessed visually.

4.1.2 Test specimen

At least 0,035 g of flux solids, 1 g solder paste, 1 g wire, or 1 g preform with an equivalent amount of solids. Flux solids are defined as the residue from the solid content, flux test described in this 4.1. All solvent shall have been evaporated from the specimen in a chemical fume hood.

4.1.3 Apparatus and reagents

The following apparatus and reagents are needed:

- solder pot;
- humidity chamber capable of achieving $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$ and $(93 \pm 2) \%$ relative humidity;
- air-circulating drying oven;
- microscope having minimum $20\times$;
- chemicals: All chemicals shall be reagent grade (highly pure, without contamination) and water shall be distilled or deionized; ammonium persulphate; sulphuric acid, % volume (v/v), degreasing agent; acetone, or petroleum ether;
- analytical balance capable of weighing 0,001 g;
- copper sheet of a thickness of $(0,50 \pm 0,05) \text{ mm}$ and a purity of 99 %.

4.1.4 Procedures

4.1.4.1 Chemicals

- Ammonium persulphate (25 % m/v in 0,5 % v/v sulphuric acid). Dissolve 250 g of ammonium persulphate in water and add cautiously 5 ml of sulphuric acid (density $1,84 \text{ g/cm}^3$). Mix, cool, dilute to 1 litre and mix. This solution should be freshly prepared.
- Sulphuric acid (5 % v/v). To 400 ml of water cautiously add 50 ml of sulphuric acid (density $1,84 \text{ g/cm}^3$). Mix, cool, dilute to 1 l and mix.

4.1.4.2 Test panel preparation

- Cut a piece of $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ from the copper sheet for each test.
- Form a circular depression in the centre of each test panel 3 mm deep by forcing a steel ball of a diameter of 20 mm into a hole of a diameter of 25 mm to form a cup.
- Bend one corner of each test panel up to facilitate subsequent handling with tongs.

4.1.4.3 Preconditioning test panels

Immediately before performing the test, precondition as follows using clean tongs for handling.

- Degrease with a suitable neutral organic solvent such as acetone or petroleum ether.
- Immerse in 5 % sulphuric acid (by volume) at $(65 \pm 5) ^\circ\text{C}$ for 1 min to remove the tarnish film.

- c) Immerse in a solution of 25 % m/v ammonium persulphate (0,5 % v/v sulphuric acid) at (23 ± 2) °C for 1 min to etch the surface uniformly.
- d) Wash in running tap water for a maximum of 5 s.
- e) Immerse in 5 % sulfuric acid (by volume) at (23 ± 2) °C for 1 min.
- f) Wash for 5 s in running tap water, then rinse thoroughly in deionized water.
- g) Rinse with acetone.
- h) Allow to dry in clean air.
- i) Use the test piece as soon as possible or store up to 1 h in a closed container.

4.1.4.4 Preparation of test solder

- a) Weigh $(1,00 \pm 0,05)$ g specimen of solder for each test and place in the centre of depression of each test panel.
- b) Degrease solder specimen with a suitable neutral organic solvent such as acetone or petroleum ether.
- c) Solder may be in the form of pellets or by forming tight spirals of solder wire.

4.1.4.5 Test

- a) Heat solder pot so that solder bath stabilizes at (235 ± 5) °C in the case of Sn63Pb37 and Sn60Pb40 alloy, or at (255 ± 3) °C for Sn96,5Ag3Cu0,5, or at 35 ± 3 °C higher than the liquidus temperature of any other solder alloy as agreed between the user and the supplier. For solder alloys except Sn63Pb37 and Sn60Pb40, the temperature of the solder pot may be approximately 40 °C higher than the liquid temperature of each alloy.
- b) Liquid flux, place 0,035 g of flux solids into the depression in the test panel. Add solder sample.
- c) Solder paste, cored wire or cored preform, place 1 g of solder paste, flux-cored wire or cored-preform into the depression in the test panel.
- d) Using tongs, lower each test panel onto the surface of the molten solder.
- e) Allow the test panel to remain in contact until the solder specimen in the depression of the test panel melts. Maintain this condition for (5 ± 1) s.
- f) Carefully examine the test panel at 20× magnification for subsequent comparison after humidity exposure. Record observations, especially any discoloration.
- g) Preheat test panel to (40 ± 1) °C for (30 ± 2) min.
- h) Preset humidity chamber to (40 ± 1) °C and (93 ± 2) % relative humidity.
- i) Suspend each test panel vertically (and separately) in the humidity chamber.
- j) Expose panels to the above environment for 72 h (3 days). M (moderately active) and H (highly active) flux may be tested in the cleaned, as well as uncleaned, condition.

4.1.4.6 Evaluation

Carefully examine test panels prior to placing them in the environmental chamber. Note any discoloration.

After the appropriate exposure period, remove test panels from humidity chamber, examine at 20× magnification and compare with observations noted prior to exposure.

Corrosion is described as follows.

- Excrescences at the interfaces of the flux residue and copper boundary or the residues or discontinuities in the residues.
- Discrete white or coloured spots in the flux residues.

An initial change of colour which may develop when the test panel is heated during soldering is disregarded, but subsequent development of green-blue discoloration with observation of pitting of the copper panel is regarded as corrosion.

4.1.5 Additional information

4.1.5.1 Definition of corrosion

For the purposes of this test method, the following is the definition of corrosion: "chemical reaction between the copper, the solder, and the constituents of the flux residues, which occurs after soldering and during exposure to the above environmental conditions."

Colour photos before and after the test are valuable tools in identifying corrosion.

4.1.5.2 Safety

Observe all appropriate precautions on material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

4.2 Test 5-2C02: Determination of acid value of liquid soldering flux potentiometric and visual titration methods

4.2.1 Object

This test method specifies two methods for the determination of the acid value of a flux of types L, M or H.

Method A is a potentiometric titration method and is to be considered as the reference method.

Method B is an alternative, visual end-point titration method.

See ISO 9455 for reference.

4.2.2 Test specimen

A minimum of 2,0 g of liquid flux, 10 g of solder paste, 150 g of cored wire or 10 g of solder preforms.

4.2.3 Apparatus and reagents

4.2.3.1 General

- a) Use only reagents of recognized analytical quality and only distilled or deionized water.
- b) Ordinary laboratory apparatus.
- c) The term "M" represents molarity of a solution and is calculated by taking the moles of solute and dividing by the litres of solution, e.g. 1,00 mole of sucrose (about 342,3 g) mixed into a litre of water equals 1,00 M (1,00 mol/l).

4.2.3.2 Potentiometric titration method (Method A)

- a) Tetrabutyl ammonium hydroxide. 0,1 M (0,1 mol/l). Use a commercially available standard solution or one prepared from a commercially available concentrated standard solution by dilution with propan-2-ol. Standardize this solution against an accurately weighed amount of benzoic acid (about 0,5 g) dissolved in dimethylformamide, previously neutralized to thymol blue.
- b) Propan-2-ol: neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- c) Ethanol 96% by volume: neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.

- d) Toluene: neutralized with tetrabutyl ammonium hydroxide solution to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- e) Ethanol/toluene mixture: mix equal volumes of the ethanol 96 % by volume and toluene.
- f) Millivoltmeter or pH meter.
- g) Glass electrode.
- h) Saturated calomel, or silver chloride/silver, electrode.
- i) Magnetic or mechanical stirrer with variable speed drive.

4.2.3.3 Titration with visual end-point (Method B)

- a) Ethanol 96 % by volume: neutralized with potassium hydroxide, 0,1 M in alcohol, to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- b) Toluene: neutralized with potassium hydroxide, 0,1 M in alcohol, to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- c) Ethanol/toluene mixture: mix equal volumes of the ethanol 96 % by volume and toluene.
- d) Propan-2-ol: neutralized with potassium hydroxide, 0,1 M in alcohol to a faint pink colour using phenolphthalein as an indicator.
- e) Potassium hydroxide solution: 0,1 M in alcohol. Use a commercially available standard solution or one prepared from a commercially available concentrated standard solution by dilution with ethanol. Standardize this solution against an accurately weighed amount of benzoic acid (about 0,5 g) dissolved in ethanol.
- f) Phenolphthalein indicator solution: Add 1 g of phenolphthalein to approximately 50 ml methanol and mix. When dissolved, dilute to 100 ml with methanol and mix.

4.2.4 Procedures

4.2.4.1 Potentiometric titration (Method A)

- a) By preliminary experiments, determine whether the specimen is soluble in propan-2-ol, ethanol 96 % by volume, toluene or the ethanol/toluene mixture. If it is not completely soluble in any of these solvents, select the one in which it appears to be the most soluble. If it is equally soluble in all four solvents then use propan-2-ol.
- b) Carry out the following procedure, in triplicate, on the flux specimen.
- c) Weigh, to the nearest 0,001 g, 2,0 g to 5,0 g of the liquid flux specimen taking steps to prevent loss of volatile matter during the weighing. The larger size specimen is required for very low solids fluxes. Transfer the weighed specimen to a 250 ml low form beaker.
- d) Dilute specimen to 100 ml with propan-2-ol, or the selected solvent, according to the solubility characteristics of the flux. Cover with a watch glass and dissolve the flux by gentle agitation.
- e) Place the beaker on the stand of the titration assembly with the electrodes, stirrer and burette in position. Adjust the speed of the stirrer to give vigorous stirring without splashing. Titrate with the tetrabutyl ammonium hydroxide solution, adding 1 ml portions and recording the pH, or mV meter readings after each addition. As the end point is approached, reduce the additions of titrant to 0,1 ml and continue titrating past the end point.
- f) Plot the pH, or potential values against the volume of titrant added to obtain the titration curve. The point of inflection of the curve corresponds to the end-point of the titration.
- g) Carry out a blank determination, using all reagents, for comparison purposes.

4.2.4.2 Visual titration (Method B)

- a) By preliminary experiments, determine whether the specimen is soluble in propan-2-ol, ethanol 96 % by volume, toluene or the ethanol/toluene mixture. If it is not completely soluble in any of these solvents, select the one in which it appears to be the most soluble. If it is equally soluble in all four solvents then use ethanol as the selected solvent.
- b) Carry out the following procedure, in triplicate, on the flux specimen.

- c) Weigh, to the nearest 0,001 g sufficient of the flux specimen to correspond to approximately 1 g of non-volatile matter in accordance with test method 6C03, taking steps in the case of liquid flux specimens to prevent loss of volatile matter during the weighing.
- d) Transfer the weighed specimen to a suitable flask or beaker and add 100 ml of the selected solvent. Stir until the specimen has dissolved as completely as possible. Do not heat.
- e) Add 3 drops of phenolphthalein indicator and titrate with the potassium hydroxide (4.2.3.3) until a faint pink colour persists throughout the titrated solution for 15 s.
- f) Carry out blank determination, using all reagents, for comparison purposes.

4.2.4.3 Calculation of results

- a) The acid value is expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of non-volatile matter, regardless of the alkali used to perform the titration.
- b) The acid value (expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of non-volatile matter) is given by:

$$\frac{56,11 VM}{mS}$$

where

V is the volume, in ml, of alkali used (tetrabutyl ammonium hydroxide for method A, potassium hydroxide for method B);

M is the molarity of the alkali used;

m is the mass, in grams of the specimen taken;

S is the percentage non-volatile matter determined as described in test method 6C03 of this standard.

The acid value (expressed in milligrams of potassium hydroxide per gram of flux) is given by:

$$\frac{56,11 VM}{m}$$

The acid value of the flux under test is calculated as the mean of the results obtained on each of the three test specimens.

4.2.5 Additional information

Safety: operator should be trained and familiar with the hazards inherent to the chemicals being used and analysed. Proper personal safety equipment, such as safety glasses, gloves and splash apron, as well as adequate ventilation, should be used.

4.3 Test 5-2C03: Acid number of rosin

Under consideration.

4.4 Test 5-2C04: Determination of halides in fluxes, silver chromate method

4.4.1 Object

This test method is designed to determine the presence of chlorides and bromides in soldering flux by visual examination after placement of the flux on test paper.

4.4.2 Test specimen

The test specimen shall consist of a minimum of 100 ml of liquid flux, a representative container of solder paste, paste flux for reflow soldering, extracted solder preform flux or extracted flux-cored wire.

4.4.3 Apparatus and reagents

- a) Six pieces of silver chromate test paper 51 mm × 51 mm.
- b) 0,25 l of reagent grade (highly pure, without contamination) propan-2-ol.

4.4.4 Procedure

4.4.4.1 Preparation

- a) The silver chromate paper is extremely light sensitive and shall be stored in a closed container away from light until used for testing.
- b) To avoid contamination, the paper shall be handled with forceps and shall never be touched with bare hands.

4.4.4.2 Test for liquid flux or flux extract solution

- a) Place one drop of test flux or flux extract (approximately 0,05 ml) on each piece of silver chromate test paper. Allow the droplet to remain on each test paper for a minimum of 15 s.
- b) After the 15 s, immediately immerse each test paper in clean propan-2-ol to remove the residual organic materials.
- c) Allow each test paper to dry for 10 min, then examine for colour change.

4.4.4.3 Test for paste flux or solder paste flux as obtained from the supplier

- a) Clean a glass microscope slide with propan-2-ol and air dry.
- b) Moisten a piece of silver chromate reagent paper of suitable size with deionized water.
- c) Apply the wet paper to the glass slide and remove the excess water with blotting paper.
- d) Using a spatula, apply a thin coating of the paste flux or solder paste flux directly to the moist reagent paper.
- e) Allow the paste flux or solder paste flux to remain in contact with the paper for 1 min, then remove the flux with propan-2-ol without disturbing the paper.

4.4.5 Evaluation

Carefully examine each test sheet for possible colour change. A change to off-white or yellow-white indicates the presence of chlorides or bromides (see Figure 1).

Interferences:

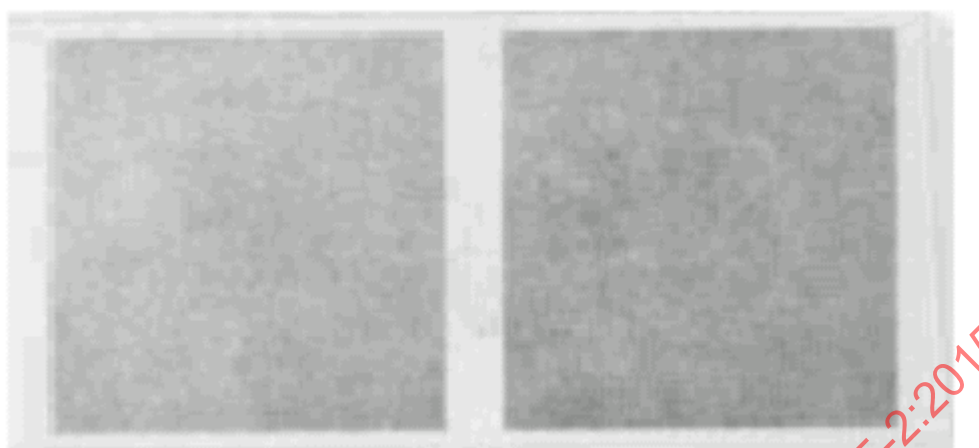
- a) A number of chemicals may cause test failures. (Representative examples are, but are not limited to, amines, cyanides, isocyanates, etc.)
- b) Certain acidic solutions may react with the reagent paper to provide a colour change similar to that obtained with chlorides and bromides. When a colour change is observed, it is advisable to check the acidity of the affected area by means of a pH indicating paper. If pH values of less than 3 are obtained, the presence of chlorides and bromides should be verified by other analytical means.

4.4.6 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

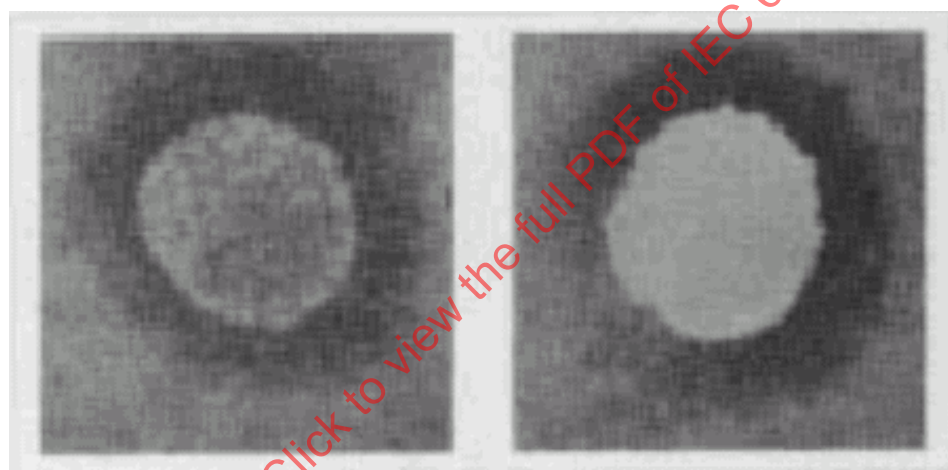
Source for silver chromate test paper:

Quantek, PO Box 136, Lyndhurst, NJ 07071, (201) 935-4103



IEC

PASS



IEC

FAIL

Figure 1 – Chlorides and/or bromides test results

4.5 Test 5-2C05: Solids content, flux

4.5.1 Object

This test method is designed to determine the residual solids content of the liquid flux after evaporation of the volatile chemicals from the liquid flux; typically 15 % by weight minimum.

4.5.2 Test specimen

The test specimen shall consist of a minimum of 6 g per test of liquid flux or flux extracted from solder paste, solder preforms or flux-cored wire.

4.5.3 Apparatus and reagents

- a circulating air drying oven capable of maintaining a temperature of $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- analytical balance capable of weighing 0,000 1 g;
- glass pipettes;
- glass petri dishes, 30 ml capacity;
- silica gel desiccant, or equivalent, in a glass desiccator.

4.5.4 Procedures

4.5.4.1 Instruction

Carry out the following procedures in triplicate.

4.5.4.2 Preparation

- Dry three empty glass petri dishes in the drying oven, then cool in the desiccator to room temperature.
- Weigh each dish to the nearest 0,001 g.

4.5.4.3 Test

- Pipette approximately 6 g of test flux specimen into each petri dish and weigh to the nearest 0,001 g.
- Heat in the drying oven for 1 h, then re-weigh after allowing the specimen to come to room temperature.
- Repeat heating and drying procedure until the weight is constant to within 0,005 g.

4.5.5 Evaluation

Calculate the residual solids as follows:

$$C_s = \frac{100 \times m_2}{m_1}$$

where

C_s are the residual solids;

m_2 is the mass of residual after drying, in g.

m_1 is the mass of original test flux specimen, in g.

4.5.6 Additional information

4.5.6.1 Specimen size

Larger specimen sizes may be required to obtain accurate data on low solids (<15 %) fluxes.

4.5.6.2 Safety

Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

4.6 Test 5-2C06: Quantitative determination of halide content in fluxes (chloride and bromide)

4.6.1 Object

This test method is designed to determine the halide content of fluxes attributable to chlorides and bromides. The halide content is reported as the weight percentage of chloride to the solid (non-volatile) portion of the flux or as milliequivalent per gram of flux solids. A specimen of flux or flux extract is titrated to an end-point and the percentage chloride or meq/g of halides is calculated.

Method A is an alternative, visual end- point, titration method.

Method B is a potentiometric titration method.

4.6.2 Test specimen

4.6.2.1 Visual titration (Method A)

A minimum of 100 ml of liquid flux, 10 ml to 50 ml flux extract of known solids content from solder paste, solder preforms or flux-cored wire.

4.6.2.2 Potentiometric titration method (Method B)

A minimum of 200 ml of liquid flux, containing $(5,0 \pm 0,1)$ g flux extracted of known solids content from solder paste, solder preforms or flux-cored wire.

4.6.3 Apparatus and reagents

4.6.3.1 General

- a) Use only reagents of recognized analytical quality and only distilled or deionized water.
- b) Ordinary laboratory apparatus.
- c) The term "M" represents molarity of a solution and is calculated by taking the moles of solute and dividing by the litres of solution, e.g. 1,00 mole of sucrose (about 342,3 g) mixed into a litre of water equals 1,00 M (1,00 mol/l).

A normal solution (N) contains 1 g of solute per litre of solution.

A molar solution (M) contains 1 mole of solute per litre of solution.

Examples:

A 0,2 M solution of NaCl contains 0,2 moles of NaCl per litre.

A 3 N solution of NaCl contains 3 moles of NaCl per litre.

4.6.3.2 Visual titration (Method A)

- a) hot plate with magnetic stirrer;
- b) analytical balance capable of reading to 0,001 g;
- c) pipettes;
- d) burettes;
- e) 100 ml beakers, pyrex[®] 1;
- f) 125 ml separatory funnel;
- g) 125 ml Erlenmeyer flasks;
- h) 1 000 ml volumetric flasks;
- i) 0,1 N silver nitrate, standardized: dissolve 17,000 g silver nitrate in deionized water and dilute to 1 000 ml in a volumetric flask;
- j) 1 M (1 mol/l) sodium hydroxide: 40,0 g of sodium hydroxide diluted to 1 000 ml with deionized water in a volumetric flask;
- k) 0,2 M (0,2 mol/l) nitric acid: add 12,6 ml concentrated (16 M) nitric acid to deionized water and dilute to 1 000 ml in a volumetric flask;
- l) 1 M (1 mol/l) potassium chromate: 194 g diluted to 1 000 ml using deionized water in a volumetric flask;
- m) 0,03 M (0,03 mol/l) phenolphthalein solution (reagent grade);
- n) chloroform (reagent grade);
- o) deionized water.

¹ Pyrex is the trade name of a product supplied by Corning Incorporate or licensees. This information is given for the convenience of users of this standard and does not constitute an endorsement by IEC of the product named. Equivalent products may be used if they can be shown to lead to the same results.

4.6.3.3 Potentiometric titration (Method B)

- a) millivolt meter;
- b) electrode potassium hydroxide – platinum, platinum-platinum, or silver nitrate-silver electrodes;
- c) magnetic stirrer – number of revolutions adjustable;
- d) dryer, adjustable to a temperature of $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$ and able to maintain this temperature within the tolerance limits;
- e) balance with sensitivity of 0,000 1 g;
- f) general purpose experimental device;
- g) general purpose goods – only analysis reagent and deionized water;
- h) propan-2-ol (reagent grade);
- i) standard silver nitrate solution N/20 (0,05 M) available on market or a solution made as follows: dissolve 8,494 g silver nitrate highly pure in deionized water and dilute to 1 000 ml in a volumetric flask.

4.6.4 Procedure

4.6.4.1 Visual titration (Method A)

4.6.4.1.1 Rosin/resin fluxes specimen preparation

- a) In a tared 100 ml beaker, accurately weigh about 3 g to 5 g of flux specimen on an analytical balance.
- b) Quantitatively transfer the flux specimen to a 125 ml separatory funnel using three 10 ml aliquots of chloroform.
- c) Add 15 ml of deionized water to the funnel and shake the funnel for 10 s.
- d) Allow the funnel to stand until the layers completely separate.
- e) Draw off the bottom (chloroform) layer into a beaker and save for the next extraction.
- f) Transfer the top (water) layer to a 125 ml Erlenmeyer flask.
- g) Transfer the chloroform layer from the beaker to the funnel and repeat the extraction with 15 ml of water two more times, each time adding the water extract portion to the flask.
- h) Heat the water extract in the Erlenmeyer flask using a steam bath to expel any chloroform which may be present.
- i) Do not heat above $80 ^\circ\text{C}$. Allow for solution to cool to room temperature.

4.6.4.1.2 Organic and inorganic flux specimen preparation

- a) In a tared 125 ml Erlenmeyer flask, accurately weigh about 3 g to 5 g of flux specimen on analytical balance.
- b) Add 50 ml of deionized water.
- c) Add two drops of 0,03 M phenolphthalein solution to the Erlenmeyer flask.
- d) Add 1 M sodium hydroxide until the solution turns red. Add 0,2 M nitric acid dropwise until the red colour is just completely discharged.
- e) Dilute to about 60 ml with deionized water.
- f) Add six drops of 1 M potassium chromate and titrate with standardized 0,1 N silver nitrate to the red-brown end point.

4.6.4.2 Potentiometric titration method (Method B)

4.6.4.2.1 Resin flux cored solder procedure of test

- a) Use the dried product itself as test piece after washing the surface with acetone and rinsing first with deionized water and then with propan-2-ol.

- b) Measure and cut off solder to produce $(5,0 \pm 0,1)$ g of flux, and cut it into chips of 2 mm to 3 mm length.
- c) Measure the mass to within an accuracy of 0,001 g and put those chips into a beaker of 300 ml and add 50 ml propan-2-ol.
- d) Shake the beaker for about 15 min at normal temperature with a watch dish on, for extracting flux. When flux has dissolved completely, pour the supernatant gently into a 300 ml beaker.
- e) Wash the chipped solders with 30 ml propan-2-ol two to three times. Then add this washed solution to the extracted solution, making the total volume equal to 200 ml as test specimen.
- f) The chipped solders shall be dried for 1 h in a dryer at (100 ± 5) °C.
- g) After cooling, measure the mass to within an accuracy of 0,001 g. The difference between the masses of first measured and chipped solder after extraction of flux shall be the mass of flux.
- h) Putting an electrode into the beaker, place the beaker on a magnetic stirrer. Stir strongly preventing spattering, and titrate with silver nitrate standard solution.
- i) Measure the potential at every 1 ml, read the potential at every 0,1 ml toward the end of this titration. The point at which the potential changes sharp shall be the end point. For comparison purpose, the blank test shall be carried out for the whole process.

4.6.4.2.2 Solder paste, liquid flux and solid flux

- a) Measure a mass of $(5,0 \pm 0,1)$ g of flux to within an accuracy of 0,001 g and put it into a 300 ml beaker.
- b) Add 200 ml propan-2-ol and stir it at ambient temperature, extracting as much flux as possible. This solution is the test specimen.
- c) Put an electrode into the beaker, place the beaker on a magnetic stirrer. Stir strongly preventing spattering, and titrate with silver nitrate standard solution.
- d) Measure the potential at every 1 ml, read the potential at every 0,1 ml towards the end of this titration. The point at which the potential changes sharp shall be the end point. For comparison purposes, the blank test shall be carried out for the whole process.

This mass of specimen should be applied to the solders containing halide of more than 0,1 % to 1,0 %. As for the solders containing halide other than above, the figures shown in Table 2 should be applied.

Table 2 – Relation between halide content and mass of specimen

Content of halide mass %	0,05 or less	Over 0,05 0,1 or less	Over 0,1 1,0 or less	Over 1,0
Mass of specimen (g)	50	20	5	1

4.6.5 Calculations

4.6.5.1 Visual titration (Method A)

Calculate the percentage of halides as chloride based on flux solids content, using the following formula:

$$\text{Halides, as \% chlorides} = \frac{3,55 \text{ } VN \times 100}{mS}$$

Calculate halides milliequivalent per gram of flux solids (non-volatiles) using the following formula:

$$\text{Halides, meq/g solids} = \frac{V \times N \times 100}{mS}$$

where

V is the volume of 0,1 N silver nitrate in ml;

N is the normality of silver nitrate solution;

m is the mass of flux specimen in g;

S is the percentage of solids (non-volatiles) of the flux.

4.6.5.2 Potentiometric titration method (Method B)

The halide content shall be expressed by the content of chlorine (mass %) and shall be calculated by the following formula:

$$H = \frac{3,55 \times Mn \times fn \times Vn}{m}$$

where

H is the chlorine content in flux (mass %);

Vn is the volume of silver nitrate (ml);

Mn is the concentration of silver nitrate (mol/l);

fn is the power value of silver nitrate (see note);

m is the mass of specimen (g).

The halide content shall be expressed by the mean value of chlorine content in the flux measured on three specimens.

Power value is determined by the following method. Measure 2,922 g of sodium chloride (reagent grade) to within an accuracy of 0,001 g. Put it into a 1 000 ml flask and dilute with deionized water filled up to the scale line. Exactly 20 ml of this solution is then poured into a 300 ml beaker and titrated with silver nitrate based on the same procedure mentioned above. The power value of silver nitrate solution can be calculated from the formula:

$$fn = \frac{20,0 \times m}{y \times 2,922}$$

where

m is the mass of special class sodium chloride (g);

y is the volume of titrated silver nitrate (M).

4.6.6 Report

The halide content is reported as the weight percentage of chloride to the solid (non-volatile) portion of the flux or as milliequivalent per gram of flux solids. A specimen of flux or flux extract is titrated to an end-point and the percentage chloride or milligram of halides is calculated.

4.6.7 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

4.7 Test 5-2C07: Qualitative analysis of fluorides and fluxes by spot test

4.7.1 Object

This test method is designed to determine the presence of fluoride(s) in soldering flux by visual examination after placement of a drop of liquid test flux in a zirconium-alizarin purple solution.

4.7.2 Test specimen

- a) A minimum of 10 ml of a specimen from a production of liquid flux, solder paste flux, paste flux or extracted flux from preform or wire, furnished in a new or clean glass container.
- b) For paste flux or solder paste flux, dilute the specimen in propan-2-ol or another suitable solvent. The solvent used in dilution/extraction should be water miscible.

4.7.3 Apparatus and reagents

4.7.3.1 Apparatus

- a) White spot plate.
- b) Glass droppers.
- c) Glass rods.

4.7.3.2 Reagents

- a) Zirconium nitrate solution: 0,05 g dissolved in 50 ml of deionized water;
- b) Sodium alizarin sulfate solution: 0,05 g dissolved in 50 ml of deionized water.

4.7.4 Procedure

4.7.4.1 Preparation

Prepare a fresh zirconium-alizarin purple solution in three spots of the white spot plate by adding one drop each of zirconium nitrate and sodium alizarin sulfate solutions.

4.7.4.2 Test

- a) Add one drop of the test flux to each of the spots.
- b) Mix each spot with a clean glass rod.
- c) Examine for any colour change.

4.7.4.3 Evaluation

A change in colour of the solution from purple to yellow is an indication of the presence of fluoride(s).

4.7.4.4 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheets (MSDS) for chemicals involved in this test method.

4.8 Test 5-2C08: Quantitative determination of fluoride concentration in fluxes

4.8.1 Object

This test method is used to determine the concentration of fluorides in soldering flux. The fluoride content is reported as the weight percentage of fluoride to the non-volatile portion of the flux. Ion specific electrodes are used for the determination.

4.8.2 Test specimen

- A minimum of 100 ml of a specimen from a production of liquid rosin flux, or prepared flux solution furnished in a new or clean glass container.
- For paste flux and solder paste flux, 100 ml of the diluted material.
- For preform and cored wire, 100 ml of the extracted material.

4.8.3 Apparatus and reagents

4.8.3.1 Apparatus

- Autocalibrating ion analyser.
- Fluoride specific electrode.
- Double junction reference electrode.
- Magnetic stirrer and stir bars.
- 250 ml and 500 ml beakers, glass or polypropylene.
- Funnel stand and funnel.
- 50 ml graduated cylinders.
- 100 ml and 1 000 ml volumetric flasks.
- 10 ml and 100 ml pipettes.
- Analytical balance capable of weighing 0,001 g.

4.8.3.2 Reagents

- Deionized water.
- Sodium fluoride, reagent grade (highly pure, without contamination).
- Chloroform, reagent grade.
- Fluoride analysis solution.
- Ashless filter paper.

4.8.4 Procedure

4.8.4.1 Specimen preparation: water soluble flux

Depending on the expected concentration of fluoride, use the following amount of specimen and deionized water as shown in Table 3.

Table 3 – Mixing ratio from specimen size to water quantity

Fluoride ppm	Specimen ml	Deionized water ml
0,1 – 0,0	25	50
1,0 – 10,0	5	50

- Take the beaker and add the specimen; record the weight of the flux to 0,001 g.
- Add deionized water and mix with stirrer for 10 min; stop mixing and allow to stand for 5 min.
- Pour solution through filter paper in funnel into a clean beaker. Allow specimen to drain completely.

4.8.4.2 Specimen preparation: non-water soluble flux

Depending on the expected concentration of fluoride, use the following amount of specimen and chloroform as shown in Table 4.

Table 4 – Specimen size to chloroform mixture

Fluoride ppm	Specimen ml	Chloroform ml
0,1 – 1,0	25	25
1,0 – 10,0	5	5

- Take the beaker and add the specimen; record the weight of the flux to 0,001 g.
- Add chloroform and 50 ml deionized water and mix with stirrer for 10 min; stop mixing and allow to stand for 5 min.
- Carefully decant the water solution through filter paper in funnel into a clean beaker. Allow specimen to drain completely.

4.8.4.3 Standard solutions

- 10^{-6} fluoride (0,001 %): This standard can be purchased ready-to-use or a solution can be prepared. Weight 0,022 1 g (dried to 140 °C) reagent grade NaF. Add 500 ml deionized water. Dilute to 1 l in a volumetric flask.
- $1,0^{-6}$ fluoride (0,000 1 %): This standard can be purchased ready-to-use or a solution can be prepared. Weight 0,002 3 g (dried to 140 °C) reagent grade NaF. Add 500 ml deionized water. Dilute to 1 l in a volumetric flask. Another method is to dilute 100 ml, 10^{-6} fluoride standard with 450 ml deionized water and dilute to 1 l in a volumetric flask.
- $0,1^{-6}$ fluoride (0,000 01 %). This standard is prepared by diluting 100 ml, $1,0^{-6}$ fluoride standard with 450 ml deionized water and dilute to 1 l in a volumetric flask. Another method is to dilute 10 ml, 10^{-6} fluoride standard with 495 ml deionized water and dilute to 1 l in a volumetric flask.

4.8.4.4 Double reference electrode filling solutions

- Inner chamber filling solution (green): Solution saturated with AgCl.
- Outer chamber filling solution: 10 % KNO₃.

4.8.4.5 Test

- For accurate results, allow all specimens and standards to reach the same temperature before attempting a measurement. Stir the specimens and standards while a measurement is being made.
- Prepare two standards that differ in concentration by a factor of 10. The standards should bracket the expected specimen concentration. Select concentration mode and STD 1 function. Significant digit selection is accomplished by pressing the X10 key the required number of times.
- Dilute 50 ml of the two standard solutions, each with 50 ml of deionized water.
- While stirring with a magnetic stirrer, immerse electrodes in the more dilute standard solution. Adjust the display using arrows or X10 keys to the correct value. When "Ready" illuminates, press "Enter." The display automatically proceeds to "STD 2."
- Remove and rinse electrodes with deionized water. Immerse electrodes in the more concentrated standard solution. Adjust the display to read the correct value for STD 2. When "Ready" illuminates, press "Enter." The display automatically proceeds to "Sample" function.
- To the specimen prepared per instructions for water soluble flux, add 25 ml total ionic strength adjustment buffer. While stirring, immerse electrodes. When display indicates "Ready," record indicated value.

4.8.4.6 Evaluation

The indicated value is equal to the parts per million (10^{-6}) fluoride. To obtain weight percentage of fluoride as percentage of the non-volatile content, use the following formula:

$$\text{Fluoride \% of solids} = \frac{I}{(mS) 100}$$

where

I is indicated value in parts per million;

m is the mass of the flux specimen in g;

S is the percentage of solids (non-volatile chemicals) of the flux.

4.8.5 Additional information

4.8.5.1 Calibration and limits

- a) Re-calibration should be carried out every few hours to compensate for electrode drift.
- b) Reproducibility is typically $\pm 2\%$ obtainable with hourly recalibration. Temperature fluctuation, drift and noise will limit reproducibility.
- c) Detection limits are 0,02 ppm minimum and no known maximum. A list of possible interfering ions has not yet been determined for this electrode method.

4.8.5.2 Safety

The operator should be trained and familiar with the hazards inherent to the chemicals being used and analysed. Proper personal safety equipment such as safety glasses, gloves and splash apron as well as adequate ventilation should be used.

Using the same batch of deionized water for dilutions will eliminate the need to run blanks.

4.8.6 Informative references

Autocalibrating ion analyser – Orion EA 920

Fluoride specific electrode – Orion 94-09-00

Double junction reference electrode – Orion 90-02

Whatman #41 ashless filter paper

10^{-6} fluoride solution – Orion, catalogue #040908

$1,0^{-6}$ fluoride solution – Orion, catalogue #040906

TISAB (total ionic strength adjustment buffer) – Orion catalogue #940909

AgCl solution – Orion catalogue #900002

10 % KNO₃ solution – Orion catalogue #900003

4.9 Test 5-2C09: Specific gravity

4.9.1 Object

This test specifies the method for measuring the specific gravity of liquid flux.

4.9.2 Test specimen

The test specimen is a sample of the liquid flux product itself.

4.9.3 Apparatus

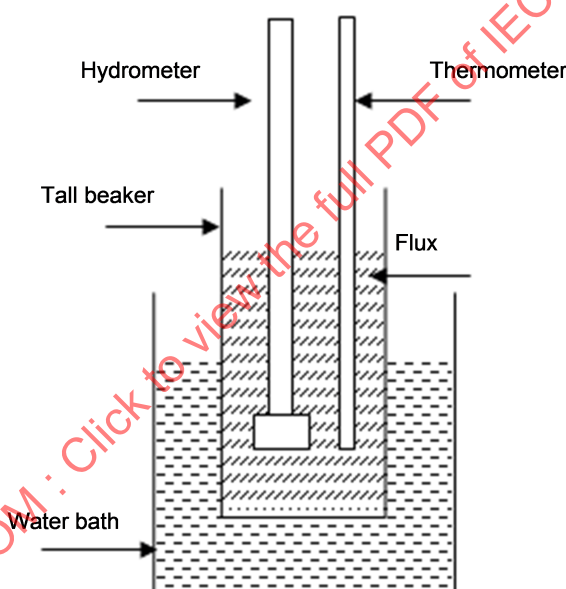
- Tall glass beaker (e.g. a measuring cylinder approximately 200 ml) for liquid flux.
- Hydrometer.
- Glass thermometer.
- Controlled temperature water bath adjustable to $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

4.9.4 Test procedure

- Clean and dry a circular tall glass beaker for measurement.
- Measure approximately 150 ml of the specimen and place in the beaker.
- Place the beaker in the water bath at $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$.
- Place the hydrometer and thermometer into the beaker.
- Read the scale at the upper edge of the meniscus in the hydrometer when the temperature of specimen stabilizes at $20 ^\circ\text{C}$ (see Figure 2).

4.9.5 Evaluation

Determine the density from a hydrometer reading.



IEC

Figure 2 – Test equipment of specific gravity (hydrometer reading)

4.10 Test 5-2C10: Flux induced corrosion (copper mirror method)

4.10.1 Object

This test method is designed to determine the removal effect the flux has (if any) on the bright copper mirror film which has been vacuum deposited on clear glass.

4.10.2 Test specimen

A minimum of 100 ml of liquid flux, a representative container of solder paste, reflowed solder paste flux, extracted solder preform flux or extracted fluxcored wire.

4.10.3 Apparatus and reagents

- 0,5 l of control standard rosin flux, class A, type II, grade WW, of LLL-R-626.
- 0,5 l of reagent grade (99 % pure) propan-2-ol.

- c) A vacuum deposition system or the means to procure glass test panels having a copper mirror coating as described in point c) of 4.10.4.1 below.
- d) 0,5 l of reagent grade 0,5 % solution of ethylene diamine tetra acetic acid (EDTA).
- e) 0,5 l of reagent grade ethanol or methanol.
- f) 100 ml medicine bottle with dropper.
- g) Test cabinet capable of achieving $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and $(50 \pm 5) \%$ relative humidity.
- h) Glass slides.
- i) A relative humidity gauge with an accuracy of $\pm 2 \%$ or better, to continuously monitor the test environment. The gauge should be calibrated periodically.

4.10.4 Procedure

4.10.4.1 Preparation

- a) Preparation of control standard flux: dissolve 35 g rosin into 100 ml of reagent grade 99 % propan-2-ol and stir thoroughly.
- b) Preparation of temperature/humidity chamber: when acid or salt solutions are used, the environment shall be monitored for a minimum of 48 h prior to exposing the copper mirror test panels, to assure compliance with the $(50 \pm 5) \%$ relative humidity requirement.
- c) Preparation of copper mirror test panels: apply by vacuum deposition, a film of copper metal on one surface of a flat glass sheet or clear, polished glass. Apply a uniform thickness of approximately 50 nm and assure that the finished mirror permits $(10 \pm 5) \%$ transmission of normal incident light of nominal wave length of 500 nm. This may be determined using a suitable photoelectric spectrophotometer. Commercially available copper mirrors meeting the above specifications are acceptable.

Prevent oxidation of the copper mirror by storing in a closed container which has been flushed with nitrogen. Immediately before testing, immerse the copper mirror in a 5 g/l solution of EDTA for copper oxide removal. Mirrors stored in a non-oxidizing environment, do not require cleaning with the EDTA solution prior to testing. The cleaning step shall be used if test results are in dispute. Rinse thoroughly in running water, immerse in clean ethanol or methanol and dry with clean, oil free air. Carefully examine the mirror before testing. There shall be no oxide.

4.10.4.2 Test

- a) Place the copper mirror test panel on a flat surface, mirror side up, and protect from dust and dirt at all times. Place one drop of test flux or extract to be tested (approximately 0,05 ml) on each copper mirror test panel. Do not allow the dropper to touch the test panel. Solder paste shall be applied directly to the copper mirror without scratching it; the amount of solder paste shall be approximately 0,5 mm in thickness and 8 mm in diameter. (It has been determined that significant variations from this quantity have little effect for most materials).
- b) At the same time, place one drop of the control standard flux adjacent to the test flux. Do not allow drops to touch.
- c) Place test panels in a horizontal position in the dust-free cabinet at $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and $(50 \pm 5) \%$ relative humidity for $(24 \pm 0,5) \text{ h}$.
- d) At the end of the 24 h period, remove the test panels and remove the test flux and control standard fluxes by immersion in clean propan-2-ol.

4.10.5 Evaluation

- a) Carefully examine each test panel for possible copper removal or discoloration.
- b) If there is any complete removal of the copper film as evidenced by the background showing through the glass, the test flux has failed the L category. Complete removal of the copper only around the perimeter of the drop defines the flux as M. Complete removal of the copper places the flux in the H category (see Figure 3).
- c) If the control flux fails, repeat the entire test using new copper mirror test panels.

- d) Discoloration of the copper film due to a superficial reaction or only a partial reduction of the copper film thickness is not considered as failure.
- e) A number of chemicals can cause failure of copper mirror: free halides, stronger organic and inorganic acids and free amines.

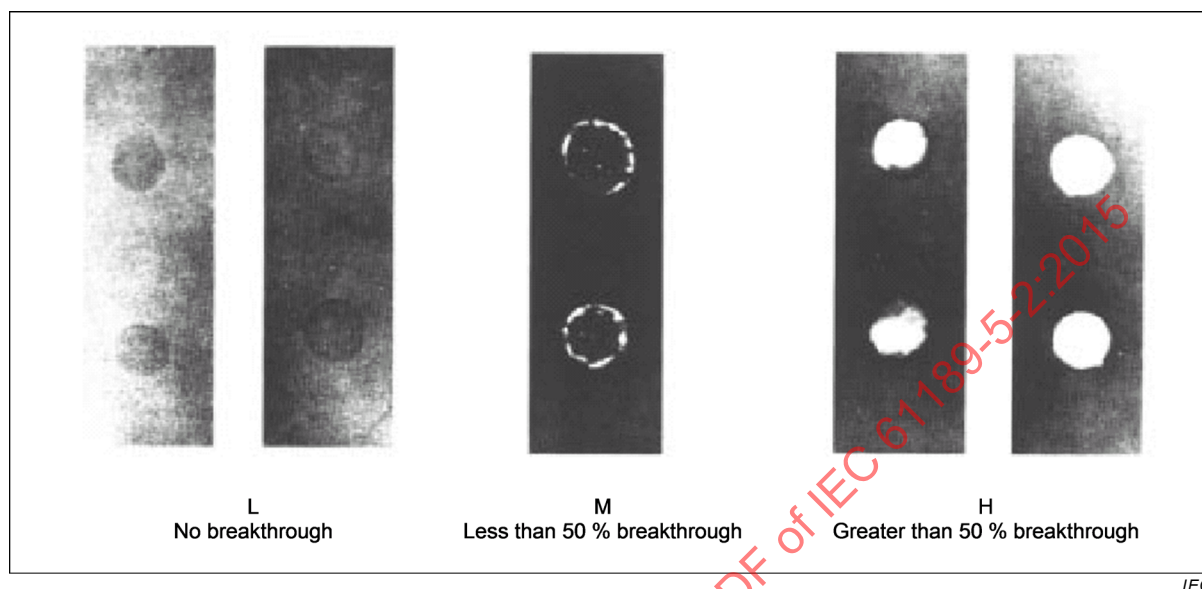


Figure 3 – Flux type classification by copper mirror test

4.10.6 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on the material safety data sheet (MSDS) for chemicals involved in this test method.

4.10.7 Reference documents

ASTM E104: Maintaining Constant Relative Humidity by means of Aqueous Solutions

LLL-R-626: Rosin, Gum, Rosin Wood and Rosin Tall Oil

Sources for prepared copper mirrors:

Evaporated Metal Films, Inc., 239 Cherry Street, Ithaca, NY 14850; 607-272-3320

H. L. Clausing Co., 8038 N. Monticello Ave., Skokie, IL, 847-676-0330.

5 X: Miscellaneous test methods

5.1 Test 5-2X01: Liquid flux activity, wetting balance method

5.1.1 Object

This test prescribes the recommended test method for assessing the activity of liquid fluxes using a wetting balance.

5.1.2 Test specimen

The test specimen shall be a copper coupon complying with any acceptable industry specification. The width shall be $(6,0 \pm 0,25)$ mm wide; the length should be $(25,0 \pm 1)$ mm long or as appropriate to the test equipment. The thickness shall be $(0,5 \pm 0,05)$ mm.

5.1.3 Apparatus and reagents

The apparatus shall consist of the following:

- a) a meniscus force measuring device (wetting balance) which includes a temperature-controlled solder pot containing solder maintained at $(245 \pm 3) ^\circ\text{C}$ for Sn60/Pb40 or Sn63/Pb37, or at $(255 \pm 3) ^\circ\text{C}$ for Sn96,5Ag3Cu0,5, or at $35 \pm 3 ^\circ\text{C}$ higher than the liquidus temperature of any other solder alloy as agreed between the user and the supplier;
- b) a chart recorder, data logger, or computer capable of recording force as a function of time with a minimum recorder speed of 10 mm/s;
- c) a mechanical dipping device as shown in Figure 4 shall be used. This device shall be present to produce an immersion and emersion rate of (20-25) mm/s to a depth of $(6,0 \pm 0,1)$ mm and a dwell time of $(5,0 \pm 0,5)$ s.

5.1.4 Procedure

5.1.4.1 Preparation

- a) The test specimen should be cleaned (degreased) by immersion in a suitable solvent, then cleaned using a $(10 \pm 1) \%$ fluoroboric acid dip.
- b) The coupon shall then be washed with water and dried.

5.1.4.2 Test

- a) After mounting the specimen in a suitable holder, the coupon should be immersed in the liquid flux at room temperature to a minimum depth of 10 mm.
- b) Excess flux is to be immediately drained off by standing the specimen vertically on a clean filter paper for 1 s to 5 s.
- c) After partial drying, it should be mounted in the test equipment.
- d) The surface of the molten solder shall be skimmed just prior to immersing the specimen in the solder.
- e) The specimen in its holder shall be held for approximately (10 ± 1) s, 3 mm above the solder pot. The test shall be started and the specimen immersed only once using an immersion and emersion rate of (20-25) mm/s to a depth of $(5,0 \pm 0,1)$ mm and a dwell time of $(5,0 \pm 0,5)$ s.
- f) During the test, the wetting curve shall be recorded on a suitable device for use in the evaluation.

5.1.5 Evaluation

Use the wetting balance curve recorded during the test to determine the following flux activity parameters:

- a) A wetting time (T_w) for the wetting curve to cross the corrected zero axis after the start of the test (see Figure 5)
- b) A maximum wetting force, $F_{\max}$, taken after correction for buoyancy.

5.1.6 Additional information

5.1.6.1 General

This test method can be useful in re-qualifying materials that have exceeded the recommended shelf life. In addition, the method can help evaluate fluxing power prior to manufacturing operations on critical applications.

5.1.6.2 Safety

Observe all appropriate precautions on MSDS for chemicals involved in this test method.

5.1.6.3 Correction for buoyancy

For the wetting balance to obtain wetting force values that are relatable to one another, it is necessary to correct for the variability in specimen sizes, in particular width and thickness. This is done by correcting for the volume of the sample immersed in the solder. The following formula may be used to calculate the buoyant force correction:

$$Pb = \rho gV$$

where

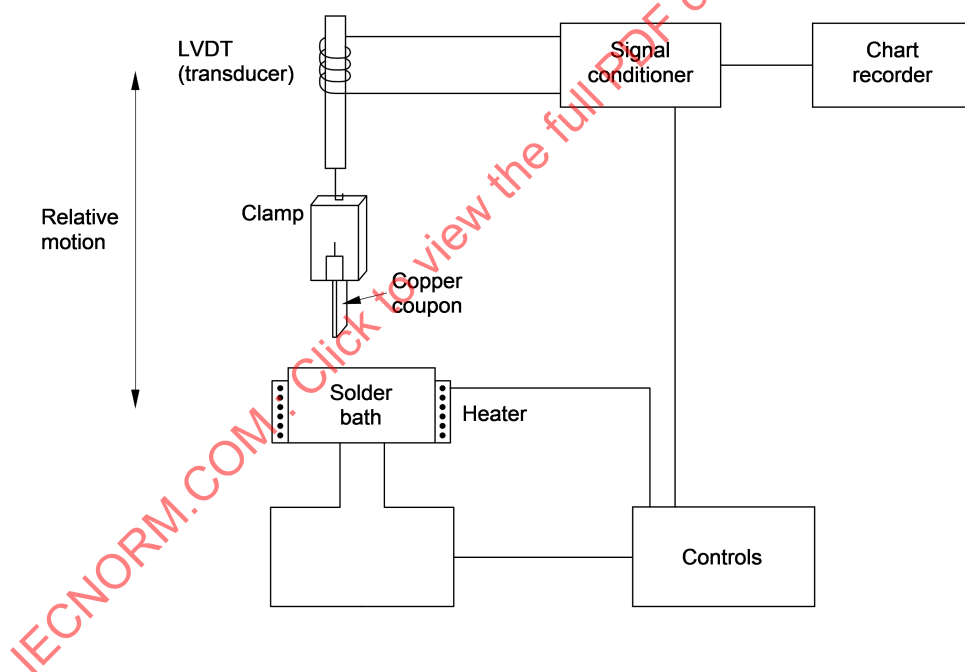
ρ is the density of solder at test temperature;

NOTE For example, 8,40 g/cm³ for Sn63/Pb37 alloy, 7,4 g/cm³ for Sn-3,0Ag-0,5Cu alloy.

g is the acceleration of gravity (9,81 × 10³ mm s⁻²);

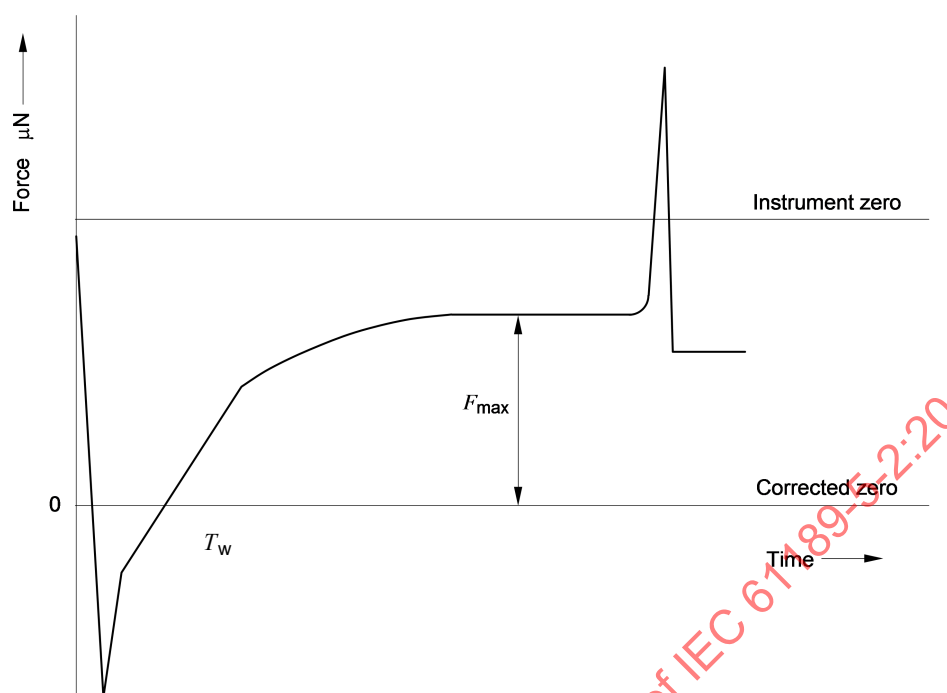
V is the immersed volume of coupon (cm³).

When the buoyancy force is calculated it should be used to correct the zero axis. This correction is required to obtain both the proper measurement of wetting times as well as wetting forces. All measurements of wetting times and wetting forces shall be made from the corrected zero axis. In the case of an upright curve, the new corrected zero axis will be below the instrument zero (see Figures 4 and 5).



IEC

Figure 4 – Wetting balance apparatus



IEC

Figure 5 – Wetting balance curve

5.1.6.4 General considerations

This subclause is given for information only. The vertical force measured by the wetting balance is made up from two forces – the buoyancy force and the wetting force caused by the contact angle changing from initial non-wetting to wetting. The buoyancy force may be considered during the test, and is equal to the weight of the solder displaced, when the specimen is immersed into the solder. The only changing force is the wetting force, caused by the changing contact angle, as the specimen solders.

The corrected zero (buoyancy) line is the force when the contact angle is 90° or when the bath surface has returned to horizontal, having been initially depressed by the immersed sample. The wetting balance curve is centred on the corrected zero (buoyancy) line since the only parameter that changes during the test is the contact angle θ .

$$F = \gamma p \cos \theta - g \rho v$$

Where

F is the measured force in micronewtons;

γ is the surface tension of molten solder (400 $\mu\text{N mm}^{-1}$);

p is the specimen perimeter in mm;

θ is the contact angle;

g is the gravitational acceleration ($9,81 \times 10^3 \text{ mm s}^{-2}$);

ρ is the solder density (8 000 $\mu\text{g mm}^{-3}$);

v is the immersed volume in mm^3 ;

gpv is the buoyancy. It is the value of F when θ is 90°.

The corrected zero line (buoyancy) is a fixed reference point from which the force measurements should be taken. This line should also be used as a reference point for any time measurements. Altering the specimen dimensions changes the immersed volume and

hence the buoyancy, and so alters the position of the corrected zero line; but the wetting curve still remains centred on this line. Similarly, any change in immersion depth will also alter the immersed volume, with the same effect on the buoyancy. Although use of the corrected zero line will cancel small variations in the specimen immersed volume and the immersion depth, large changes will affect the rate of heat transfer into the specimen, which will affect both T_w , the time to recross the corrected zero (buoyancy) line and the time to reach $F_{\max}$.

5.2 Test 5-2X02: Spread test, liquid or extracted solder flux, solder paste and extracted cored wires or preforms

5.2.1 Object

This test method gives an indication of activity of wave solder fluxes, core solder fluxes, and solder paste. The test method offers two methods.

Method A measures the solder spread area.

Method B measures the solder spread ratio.

5.2.2 Method A

5.2.2.1 Test specimen

- a) For liquid or extracted solder flux, a minimum of 10 ml that is furnished in a clean glass container.
- b) For paste flux and solder paste flux, 10 ml of the diluted material (35 %).
- c) For preform and cored wire, 10 ml of the extracted material.

5.2.2.2 Apparatus and reagents

- a) Five replicates of 0,25 mm thick 70/30 brass of a size of approximately 40 mm × 75 mm.
- b) Degreased very fine steel wool (for example, #00).
- c) Solder wire from Sn63Pb37A, or Sn96,5Ag3Cu0,5, or any other solder alloy wire agreed between the user and the supplier per IEC 61190-1-3 with a diameter with 1,5 mm.
- d) A solder pot not less than 25 mm in depth containing at least 2 kg solder.

5.2.2.3 Test specimen preparation

- a) Clean five brass coupons with steel wool.
- b) Flatten the brass coupon by bending the opposite sides of the coupon. The two bends should be parallel to the curve of the metal coil in which the brass was provided in order to stiffen and flatten the test specimen.
- c) Cut a 30 mm length of solid wire solder.
- d) Wrap the cut length of solder around a 3 mm mandrel.
- e) Cut the coil into individual rings to make a preform of the solder.

5.2.2.4 Test

- a) Maintain the solder bath at $(260 \pm 3) ^\circ\text{C}$ for Sn60Pb40, or at $(255 \pm 3) ^\circ\text{C}$ for Sn96,5Ag3Cu0,5, or at $(35 \pm 3) ^\circ\text{C}$ higher than the liquidus temperature for any other solder alloy agreed between the user and the supplier.
- b) Place the preformed solder on the centre of the test specimen.
- c) Place one drop (0,05 ml) of flux on the centre of the preform of the test specimen.
- d) Carefully place the coupon on the surface of the solder bath for 15 s.
- e) Remove the coupon in a horizontal position and place on a flat surface allowing the adhered solder to solidify undisturbed.

- f) Remove all flux residue with a suitable solvent.

5.2.2.5 Evaluation

Measure the solder spread area by comparing to circles (pre-drawn) with areas similar to those listed in Table 5. The mean of the spread of all five specimens tested shall be reported.

Table 5 is intended as an aid in defining areas in mm².

Table 5 – Typical spread areas defined in mm²

Diameter mm	Area mm ²
10,00	78,54
10,70	90,00
11,28	100,00

5.2.3 Method B

5.2.3.1 Test specimen

- Flux may be used from several products. These may be solder paste, flux cored solder wire and liquid flux.
- For solid flux, 25 mass % propan-2-ol or other appropriate solvent solution.
- Solder wire of Sn63Pb37, or Sn96,5Ag3Cu0,5, or any other solder alloy agreed between the user and the supplier specified in IEC 61190-1-3 shall be wrapped on a ring bar with a diameter of 3,3 mm.

5.2.3.2 Apparatus and reagents

- Solder bath: A solder bath with a depth of not less than 30 mm, 100 mm × 150 mm or more in width and length, provided with a temperature controller up to (50 ± 2) °C above the liquidus temperature of the tested solder.
- Dryer: An air convection oven with a temperature controller up to (150 ± 3) °C and capable of maintaining the temperature.
- Tongue of other proper tool suitable to lift up the test piece from the solder bath.
- Scrubber: Suitable to remove easily the oxidized film of solder in the bath.
- Spatula.
- Metal mask: Thickness of 2,5 mm with a hole of 6 mm diameter.
- Micrometer: Measurable to 0,001 mm.
- Micro syringe or micro pipet: Measurable of 0,05 ml.
- General experimental device: All-glass device.
- Abrasive paper (waterproof).
- Alcohol: Ethyl alcohol (reagent grade).
- propan-2-ol (reagent grade).
- Washing solvent: Proper solvent to remove the flux residue after soldering.
- Copper plate: A plate of 50 mm × 50 mm × 0,5 mm dimensions of dephosphated copper (to prevent surface oxidation).
- Solder: Sn63Pb37, or Sn96,5Ag3Cu0,5, or any other solder alloy agreed between the user and the supplier specified in IEC 61190-1-3 as reference specimen.

5.2.3.3 Test specimen preparation

5.2.3.3.1 Procedure of test

- a) Preparation of an oxidated copper plate: The surface shall be cleaned with alcohol. One side of the plate shall be polished by abrasive paper, cleaned with alcohol, and dried thoroughly at room temperature. Put this plate into a dryer set at $(150 \pm 3)^\circ\text{C}$ for 1 h and oxidate the plate. Four corners of the plate could be bent for easy application of a tongue.
- b) Solder test specimen for liquid, solid and paste flux. The test specimen shall be one bar of 3,2 mm diameter on which wire solder of Sn63Pb37, or Sn96,5Ag3Cu0,5, or any other solder alloy wire as agreed between the user and the supplier with 1,6 mm diameter is wound.
- c) Resin/rosin flux cored solder and solder paste. The product itself shall be used.

5.2.3.3.2 Preparation of test piece

- a) Resin/rosin flux cored solder: After washing the face with acetone and rinsing with deionized water and then with propan-2-ol, measure and cut off $(0,30 \pm 0,03)$ g of specimen, swirl it, and place at the centre of the copper plate. Five test specimens shall be prepared.
- b) Liquid flux: Measure $(0,05 \pm 0,005)$ ml from the specimen using a micro syringe or micro pipet, drop it at the centre of the copper plate, and put a solder test piece on the flux. This represents the test specimen. Five such specimens shall be prepared.
- c) Paste flux: Place $(0,025 \pm 0,003)$ g of specimen at the centre of the copper plate and place the solder test piece on it. Five test specimens shall be prepared.
- d) Solid flux: Adjust 25 mass % test solution with propan-2-ol or suitable solvent and measure and take $(0,05 \pm 0,005)$ ml by using micro syringe or micro pipet, and drop it at the centre of the copper plate. Place the solder piece on it. Five test specimens shall be prepared.
- e) Solder paste: After stirring with a spatula the solder paste kept at room temperature, apply to the copper plate with a metal mask. Five test specimens shall be prepared.

5.2.3.4 Test

- a) The test piece shall be heated while floating on a solder bath kept at $(233 \pm 3)^\circ\text{C}$ for Sn63Pb37, or at $(255 \pm 3)^\circ\text{C}$ for Sn96,5Ag3Cu0,5, or at $(35 \pm 3)^\circ\text{C}$ higher than the liquidus temperature for any other solder alloy agreed between the user and the supplier, and kept at this temperature for 30 s after having fused.
- b) Lift the test piece from the bath and cool it down.
- c) Remove the flux residue by proper solvent.

5.2.3.5 Evaluation

The height of the spread solder fused shall be measured by a micrometer or other proper equipment. From this height, the spreading ratio shall be calculated from the formula shown below.

This procedure shall be repeated on five of the test pieces and a mean value shall be obtained, giving this as the spreading ratio of the flux representing solder under test.

$$S_R = 100 \times (D - H)/D$$

where

S_R is the spreading ratio (%);

H is the height of the spread solder (mm);

D is the diameter of the solder (mm), when it is assumed to be a sphere (mm) ($D = 1,24 V^{1/3}$);

V is the mass/density of the tested solder.

Note that in the case of resin flux cored solder and solder paste, the mass of solder used for the test shall be the mass of the specimen subtracting the flux contained.

5.2.4 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on MSDS for chemicals involved in this test method.

ASTM B-36 brass plate, sheet, strip, and rolled bar (according to ASTM-B-36 C2600 HO2; see Bibliography).

5.3 Test 5-2X03: Flux residues – Tackiness after drying

5.3.1 Object

This test method specifies a qualitative method for assessment of the tackiness of soft soldering flux residues. The method is applicable to fluxes of types L and M as shown in IEC 61190-1-1. The method is particularly appropriate for applications where flux residues are left in place on soldered electronic and electrical equipment.

5.3.2 Test specimen

A minimum of 0,035 g by weight is required per test for fluxes in solid or paste form. For liquid fluxes, a volume sufficient to contain a minimum of 0,035 g of non-volatile matter is required per test. For flux cored solder, a minimum 1 g is required per test and for solder paste, a minimum of 0,5 g is required per test.

5.3.3 Apparatus and reagents

- a) In the test use only reagents of recognized analytical quality and only distilled, or deionized water.
- b) Acid cleaning solution: Add cautiously, while stirring, 75 ml of sulphuric acid (density 1,84 g/ml) to 210 ml of water and mix. Cool, add 15 ml of nitric acid (density 1,42 g/ml) and mix the solution thoroughly.
- c) Degreasing solvent, such as propan-2-ol, acetone or petroleum ether.
- d) Powdered chalk.
- e) 0,5 mm thick copper sheet complying with any acceptable industry specification.
- f) Acetone.
- g) Solder wire, or pellets, complying with IEC 61190-1-3, Sn60Pb40, or Sn96,5Ag3Cu0,5, or any other solder alloy agreed between the user and the supplier.
- h) Solder bath, either circular with diameter not less than 120 mm, or rectangular with dimensions not less than 100 mm × 75 mm, containing tin-lead solder having a liquidus temperature less than 200 °C. The depth of the solder in the bath shall not be less than 40 mm. The bath shall be capable of being maintained at (235 ± 3) °C for Sn60/Pb40, or at (250 ± 3) °C for Sn96,5Ag3Cu0,5, or at (30 ± 3) °C higher than the liquidus temperature of any other solder alloy as agreed between the user and the supplier.
- i) Cupping device: This shall be fitted with a 27 mm diameter die and a 20 mm diameter ball.
- j) Drying oven, suitable for use at (110 ± 2) °C.
- k) Tongs, or other suitable mechanical device, to lift the test piece from the surface of the molten solder bath.
- l) Soft brush, of diameter approximately 7 mm.
- m) Ordinary laboratory apparatus.

5.3.4 Procedure

5.3.4.1 Preparation of copper test pieces

NOTE Lettered references shown in parenthesis refer to 5.3.3.

- a) From the sheet of half hard copper, approximately 0,5 mm thick (e), cut test pieces, each measuring 50 mm × 50 mm.
- b) Clamp each of the test pieces, in turn, centrally onto the 27 mm die of the cupping device (i). Using the 20 mm diameter ball, make a depression in the centre of each test piece 3 mm deep, by forcing the ball into the die. One corner of the test piece may be bent up to facilitate handling with the tongs.
- c) Immediately before the test, use the solvent (c) to degrease each test piece, and immerse the test pieces for 20 s in the acid cleaning solution (b). Remove the test pieces from the cleaning solution, wash well under running water, rinse in acetone (f) and dry by air blowing at room temperature.
- d) Test for solid, paste and liquid flux samples
 - Weigh $(1,00 \pm 0,05)$ g of the solder wire or pellets (g), previously degreased in the solvent (c), and transfer it to the centre of the depression in one of the cleaned copper test pieces. This may conveniently be done, if solder wire is used, by forming the wire into a tight spiral.
 - If the flux under test is in solid or paste form, weigh between 0,035 g and 0,040 g of the solid or paste flux and add this to the solder in the depression of the test piece.
 - If the flux under test is in liquid form, first determine its non-volatile matter content by the use of the method described in ISO 9455-1 and ISO 9455-2. Then add the appropriate volume of the liquid flux, containing between 0,035 g and 0,040 g of non-volatile matter, to the solder in the depression of the test piece. Evaporate the solvent at 60 °C for 10 min in the drying oven. If the liquid flux has low non-volatile content, it may be necessary to add the flux in two increments, carrying out the evaporation procedure after each addition.
 - For flux cored solder samples: Degrease the surface of a suitable length of the cored solder sample, using a cloth dampened with the solvent (c). Weigh $(1,00 \pm 0,05)$ g of the degreased sample, form it into a small flat coil and place it in the centre of the depression in one of the cleaned copper test pieces.
 - For solder paste samples: Weigh $(0,50 \pm 0,05)$ g of the solder paste sample into the centre of the depression in one of the cleaned copper test pieces.

5.3.4.2 Heating the test piece

NOTE Lettered references shown in parenthesis refer to 5.3.3.

- a) Using the tongs (k), or other suitable means, carefully lower the prepared test piece onto the surface of the molten solder, maintained at the test temperature in the solder bath (h). Test temperature shall be at (235 ± 3) °C for Sn60/Pb40, or at (250 ± 3) °C for Sn96,5Ag3Cu0,5, or at (30 ± 3) °C higher than the liquidus temperature of any other solder alloy as agreed between the user and the supplier.
- b) Allow the test piece to float on the solder bath until the solder melts and leave the test piece in this position for a further 5 s. Remove the test piece carefully from the bath and allow it to cool, in air, in a horizontal position for 30 min.

5.3.4.3 Examination of the test piece

Dust the surface of the flux residue on the test piece liberally with the powdered chalk (d). Lightly brush the chalked surface with the soft brush (l).

5.3.5 Evaluation

If the chalk powder is easily removed by brushing, the flux is deemed to be "not tacky." If the chalk powder cannot be removed by brushing, or can be removed only with difficulty, the flux is deemed to be "tacky."

5.3.6 Additional information

Safety: Observe all appropriate precautions on MSDS for chemicals involved in this test method.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-5-2:2015

Bibliography

IEC 60068 (all parts), *Environmental testing*

IEC 60068-1:2013, *Environmental testing – Part 1: General and guidance*

IEC 60068-2-20, *Environmental testing – Part 2-20: Tests – Test T: Test methods for solderability and resistance to soldering heat of devices with leads*

IEC 61189-1, *Test methods for electrical materials, interconnection structures and assemblies – Part 1: General test methods and methodology*

IEC 61189-2, *Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies - Part 2: Test methods for materials for interconnection structures*

IEC 61189-3, *Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies – Part 3: Test methods for interconnection structures (printed boards)*

IEC 61190-1-2, *Attachment materials for electronic assembly – Part 1-2: Requirements for solder pastes for high-quality interconnects in electronics assembly*

IEC 61249-2-7, *Materials for printed boards and other interconnecting structures – Part 2-7: Reinforced base materials clad and unclad – Epoxide woven E-glass laminated sheet of defined flammability (vertical burning test), copper-clad*

IEC 62137:2004, *Environmental and endurance testing – Test methods for surface-mount boards of area array type packages FBGA, BGA, FLGA, LGA, SON and QFN*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 9001, *Quality management systems – Requirements*

IPC-9201:1996, *Surface Insulation Resistance Handbook*

IPC-TR-467:1996, *Supporting Data & Numerical Examples for J-STD-001B (Control of Fluxes)*

ASTM B-36 Brass Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar

ASTM E104: *Maintaining Constant Relative Humidity by means of Aqueous Solutions*

LLL-R-626: Rosin, Gum, Rosin Wood and Rosin Tall Oil

Evaporated Metal Films, Inc., 239 Cherry Street, Ithaca, NY 14850; 607-272-3320

H. L. Clausing Co., 8038 N. Monticello Ave., Skokie, IL, 847-676-0330.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-5-2:2015

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	45
INTRODUCTION	47
1 Domaine d'application	48
2 Références normatives	48
3 Exactitude, précision et résolution	49
3.1 Généralités	49
3.2 Exactitude	49
3.3 Précision	49
3.4 Résolution	50
3.5 Rapport	50
3.6 Distribution t de Student	51
3.7 Limites d'incertitude suggérées	51
4 C: Méthodes d'essais chimiques	52
4.1 Essai 5-2C01: Corrosion, flux	52
4.1.1 Objet	52
4.1.2 Echantillon d'essai	52
4.1.3 Appareils et réactifs	52
4.1.4 Modes opératoires	52
4.1.5 Information supplémentaire	54
4.2 Essai 5-2C02: Détermination de l'indice d'acide du flux de brasage liquide – Méthodes de titrage potentiométrique et à repérage visuel	55
4.2.1 Objet	55
4.2.2 Echantillon d'essai	55
4.2.3 Appareils et réactifs	55
4.2.4 Modes opératoires	56
4.2.5 Information supplémentaire	57
4.3 Essai 5-2C03: Indice d'acidité de la colophane	57
4.4 Essai 5-2C04: Détermination des halogénures dans les flux, méthode au chromate d'argent	57
4.4.1 Objet	57
4.4.2 Echantillon d'essai	58
4.4.3 Appareils et réactifs	58
4.4.4 Mode opératoire	58
4.4.5 Evaluation	58
4.4.6 Information supplémentaire	59
4.5 Essai 5-2C05: Matières solides du flux	59
4.5.1 Objet	59
4.5.2 Echantillon d'essai	60
4.5.3 Appareils et réactifs	60
4.5.4 Modes opératoires	60
4.5.5 Evaluation	60
4.5.6 Information supplémentaire	60
4.6 Essai 5-2C06: Détermination de la quantité d'halogénures dans les flux (chlorure et bromure)	61
4.6.1 Objet	61
4.6.2 Echantillon d'essai	61

4.6.3	Appareils et réactifs	61
4.6.4	Mode opératoire	62
4.6.5	Calculs	64
4.6.6	Rapport	65
4.6.7	Information supplémentaire	65
4.7	Essai 5-2C07: Analyse qualitative des fluorures et des flux par essai à la goutte	65
4.7.1	Objet	65
4.7.2	Echantillon d'essai	65
4.7.3	Appareils et réactifs	65
4.7.4	Mode opératoire	66
4.8	Essai 5-2C08: Détermination quantitative de la concentration de fluorures dans les flux	66
4.8.1	Objet	66
4.8.2	Echantillon d'essai	66
4.8.3	Appareils et réactifs	66
4.8.4	Mode opératoire	67
4.8.5	Information supplémentaire	68
4.8.6	Références informatives	69
4.9	Essai 5-2C09: Densité	69
4.9.1	Objet	69
4.9.2	Echantillon d'essai	69
4.9.3	Appareils	69
4.9.4	Mode opératoire d'essai	69
4.9.5	Evaluation	70
4.10	Essai 5-2C10: Corrosion due au flux (méthode du miroir de cuivre)	70
4.10.1	Objet	70
4.10.2	Echantillon d'essai	70
4.10.3	Appareils et réactifs	70
4.10.4	Mode opératoire	71
4.10.5	Evaluation	71
4.10.6	Information supplémentaire	72
4.10.7	Documents de référence	72
5	X: Méthodes d'essai diverses	73
5.1	Essai 5-2X01: Activité du flux liquide, méthode de la balance de mouillage	73
5.1.1	Objet	73
5.1.2	Echantillon d'essai	73
5.1.3	Appareils et réactifs	73
5.1.4	Mode opératoire	73
5.1.5	Evaluation	74
5.1.6	Information supplémentaire	74
5.2	Essai 5-2X02: Essai de propagation, flux de brasure liquide ou extrait, pâte à braser et fils d'apport ou préformes extraites	77
5.2.1	Objet	77
5.2.2	Méthode A	77
5.2.3	Méthode B	78
5.2.4	Information supplémentaire	80
5.3	Essai 5-2X03: Résidus de flux – Adhérence après séchage	80
5.3.1	Objet	80

5.3.2	Echantillon d'essai.....	80
5.3.3	Appareils et réactifs.....	80
5.3.4	Mode opératoire	81
5.3.5	Evaluation	82
5.3.6	Information supplémentaire	82
	Bibliographie.....	83
	Figure 1 – Résultats d'essai aux chlorures et/ou bromures	59
	Figure 2 – Equipement d'essai de la densité (lecture sur l'hydromètre)	70
	Figure 3 – Classification des types de flux par essai au miroir de cuivre	72
	Figure 4 – Balance de mouillage.....	75
	Figure 5 – Courbe de la balance de mouillage	76
	Tableau 1 – Distribution t de Student	51
	Tableau 2 – Relation entre les halogénures et la masse de l'échantillon	64
	Tableau 3 – Rapport de mélange pour la taille de l'échantillon et la quantité d'eau	67
	Tableau 4 – Rapport de mélange pour la taille de l'échantillon et la quantité de chloroforme	67
	Tableau 5 – Surfaces de propagation habituelles définies en mm ²	78

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-5-2:2015

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES,
LES CARTES IMPRIMÉES ET AUTRES STRUCTURES
D'INTERCONNEXION ET ENSEMBLES –****Partie 5-2: Méthodes d'essai générales pour les matériaux et les
assemblages –****Flux de brasage pour les assemblages de cartes imprimées**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 61189-5-2 a été établie par le comité d'études 91 de l'IEC: Techniques d'assemblage des composants électroniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
91/1210/FDIS	91/1223/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

La présente Norme internationale est utilisée conjointement avec l'IEC 61189-1:1997, l'IEC 61189-2:2006 et l'IEC 61189-3:2007.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 61189, publiées sous le titre général *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée ou
- amendée.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-5-2:2015

INTRODUCTION

L'IEC 61189 traite des méthodes d'essai relatives à la solidité des matériaux ou des composants des assemblages de cartes imprimées, quelle que soit leur méthode de fabrication.

La norme est divisée en parties distinctes, contenant des informations destinées au concepteur et à l'ingénieur ou technicien chargé de la méthodologie d'essai. Chaque partie met l'accent sur un élément particulier. Les méthodes sont regroupées en fonction de leur application et numérotées de manière séquentielle au fur et à mesure de leur développement et de leur publication.

Dans certains cas, les méthodes d'essai élaborées par d'autres comités d'études (le CE 104, par exemple) ont été tirées de normes IEC existantes afin de proposer au lecteur un ensemble exhaustif de méthodes d'essai. Dans ce cas, cela est indiqué dans la méthode d'essai spécifique. Si la méthode d'essai reproduite comporte quelques révisions mineures, les alinéas modifiés sont identifiés.

La présente partie de l'IEC 61189 contient des méthodes d'essai permettant d'évaluer la solidité des matériaux ou composants des assemblages de cartes imprimées. Ces méthodes sont autonomes et comportent suffisamment de détails et de descriptions pour que l'uniformité et la reproductibilité des procédures et des méthodologies d'essai soient assurées.

Les essais abordés dans la présente norme sont regroupés en fonction des principes suivants:

P: méthodes de préparation/conditionnement

V: méthodes d'essais visuels

D: méthodes d'essais dimensionnels

C: méthodes d'essais chimiques

D: méthodes d'essais mécaniques

E: méthodes d'essais électriques

N: méthodes d'essais environnementaux

X: Méthodes d'essai diverses

Pour faciliter la référence aux essais, maintenir la cohérence de la présentation et envisager les développements à venir, chaque essai est identifié par un numéro (attribué de manière séquentielle) ajouté à la lettre du préfixe (code de groupe) indiquant le groupe auquel appartient la méthode d'essai.

Les numéros de méthode d'essai n'ont pas de signification particulière quant à une éventuelle séquence d'essais. Cette responsabilité appartient à la spécification pertinente qui nécessite la réalisation de la méthode. Dans la plupart des cas, la spécification pertinente décrit également les critères de réussite/d'échec.

Les combinaisons de lettres et de numéros donnent la référence à utiliser dans la spécification appropriée. Ainsi, «5-2C01» représente la première méthode d'essai chimique décrite dans l'IEC 61189-5-2.

Dans cet exemple, 5-2 correspond au numéro la partie de l'IEC 61189, C correspond au groupe des méthodes et 01 correspond au numéro d'essai.

MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES, LES CARTES IMPRIMÉES ET AUTRES STRUCTURES D'INTERCONNEXION ET ENSEMBLES –

Partie 5-2: Méthodes d'essai générales pour les matériaux et les assemblages – Flux de brasage pour les assemblages de cartes imprimées

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 61189 est un catalogue de méthodes d'essai représentant les méthodologies et modes opératoires pouvant être appliqués aux assemblages de cartes imprimées.

La présente partie de l'IEC 61189 traite des méthodes d'essai pour le flux de brasage sur la base des IEC 61189-5 et 61189-6 existantes. De plus, elle inclut les méthodes d'essai pour le flux de brasage pour le brasage sans plomb.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 61189-5, *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles – Partie 5: Méthodes d'essais des assemblages de cartes à circuit imprimé*

IEC 61189-6, *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les structures d'interconnexion et les ensembles – Partie 6: Méthodes d'essai des matériaux utilisés dans la fabrication des assemblages électroniques*

IEC 61190-1-1, *Matériaux de fixation pour les assemblages électroniques – Partie 1-1: Exigences relatives aux flux de brasage pour les interconnexions de haute qualité dans les assemblages de composants électroniques*

IEC 61190-1-3, *Matériaux de fixation pour les assemblages électroniques – Partie 1-3: Exigences relatives aux alliages à braser de catégorie électronique et brasures solides fluxées et non fluxées pour les applications de brasage électronique*

ISO 9455 (toutes les parties), *Flux de brasage tendre – Méthodes d'essai*

ISO 9455-1, *Flux de brasage tendre – Méthodes d'essai – Partie 1: Dosage des matières non volatiles par gravimétrie*

ISO 9455-2, *Flux de brasage tendre – Méthodes d'essai – Partie 2: Dosage des matières non volatiles par ébulliométrie*

3 Exactitude, précision et résolution

3.1 Généralités

Les erreurs et incertitudes sont inhérentes à tous les processus de mesure. Les informations données ci-dessous permettent d'évaluer correctement la part d'erreurs et d'incertitudes à prendre en compte.

Les données d'essai servent un certain nombre d'objectifs, parmi lesquels

- la surveillance d'un processus;
- l'amélioration du niveau de confiance en matière de conformité à la qualité;
- l'arbitrage entre le client et le fournisseur.

Dans chacune de ces circonstances, il est essentiel de pouvoir placer les données d'essai à un certain niveau de confiance en termes de

- exactitude: étalonnage des appareils et/ou du système d'essai;
- précision: répétabilité et incertitude de la mesure;
- résolution: commodité des appareils et/ou du système d'essai.

3.2 Exactitude

Le régime d'étalonnage courant des appareils d'essai doit être clairement indiqué dans la documentation qualité du fournisseur ou de l'agence procédant aux essais et il convient qu'il réponde aux exigences de l'ISO 9001.

L'étalonnage doit être réalisé par une agence ayant obtenu une accréditation auprès d'un institut national ou international de normalisation des mesures. Il convient de mettre en place une chaîne d'étalonnage ininterrompue conforme à une norme nationale ou internationale.

S'il n'est pas possible de procéder à un étalonnage conformément à une norme nationale ou internationale, des techniques d'essais inter-laboratoires peuvent être utilisées et documentées pour accroître le niveau de confiance en matière d'exactitude de mesure.

En principe, l'étalonnage doit avoir lieu tous les ans. Cependant, les appareils qui n'entrent systématiquement pas dans les limites acceptables d'exactitude doivent faire l'objet d'étalonnages à intervalles plus courts. Les appareils se trouvant systématiquement dans les limites acceptables peuvent faire l'objet d'étalonnages moins fréquents.

Un enregistrement de l'étalonnage et de l'historique de maintenance doit être prévu pour chaque appareil. Il convient que ces enregistrements précisent l'incertitude de la technique d'étalonnage (écart en $\pm$ %) de manière à pouvoir rassembler et déterminer les incertitudes de mesure.

Un mode opératoire doit être mis en œuvre pour résoudre toutes les situations dans lesquelles un appareil se trouve hors des limites d'étalonnage.

3.3 Précision

Le budget d'incertitude de toutes les techniques de mesure est composé d'incertitudes systématiques et aléatoires. Toutes les estimations doivent reposer sur un seul niveau de confiance, le niveau minimum étant de 95 %.

D'une manière générale, les incertitudes systématiques prédominent et incluent toutes les incertitudes ne faisant pas l'objet de fluctuation aléatoire. Il s'agit

- des incertitudes d'étalonnage;

- des erreurs dues à l'utilisation d'un appareil dans des conditions différentes de celles dans lesquelles il a été étalonné;
- des erreurs de graduation d'échelle d'un appareil de mesure analogique (erreur de forme d'échelle).

Les incertitudes aléatoires proviennent de diverses sources, mais elles peuvent être déduites par la mesure répétée d'un élément normalisé. Par conséquent, il n'est pas nécessaire d'isoler les apports individuels. Il peut s'agir

- de fluctuations aléatoires, comme celles dues à la variation d'un paramètre d'influence. D'une manière générale, les modifications des conditions atmosphériques réduisent la répétabilité d'une mesure;
- de l'incertitude de discrimination, comme la définition d'un pointeur vers un trait de repère ou l'interpolation entre graduations d'une échelle analogique, par exemple.

Regroupement des incertitudes: l'addition géométrique (somme des carrés) des incertitudes peut être utilisée dans la plupart des cas. L'erreur d'interpolation est en principe ajoutée séparément et peut être acceptée à hauteur de 20 % de la différence entre les graduations les plus fines de l'échelle de l'appareil.

$$U_t = \pm \sqrt{(U_s^2 + U_r^2)} + U_i$$

où

U_t est l'incertitude totale;

U_s est l'incertitude systématique;

U_r est l'incertitude aléatoire;

U_i est l'erreur d'interpolation.

Détermination des incertitudes aléatoires: l'incertitude aléatoire peut être déterminée par la mesure répétée d'un paramètre et le traitement statistique subséquent des données mesurées. Cette technique suppose que les données produisent une répartition normale (gaussienne).

$$U_r = \frac{t \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

où

U_r est l'incertitude aléatoire;

n est le nombre d'échantillons;

t est le point de pourcentage de la répartition t comme indiqué dans le Tableau 1;

σ est l'écart type (σ_{n-1}).

3.4 Résolution

Il est très important que l'appareil d'essai utilisé offre une résolution suffisante. Il convient que les systèmes de mesure utilisés aient la capacité de résoudre 10 % (ou plus) de la tolérance de limite d'essai.

Il est accepté que certaines technologies limitent physiquement la résolution (la résolution optique, par exemple).

3.5 Rapport

Outre les exigences détaillées dans la spécification d'essai, le rapport doit détailler

- a) la méthode d'essai utilisée;

- b) l'identité du/des échantillon(s);
- c) l'appareillage d'essai;
- d) la/les limites spécifiée(s);
- e) une estimation de l'incertitude de mesure et de la/des limite(s) d'application qui en résulte(nt) pour l'essai;
- f) les résultats d'essai détaillés;
- g) la date de l'essai et la signature de l'opérateur.

3.6 Distribution t de Student

Le Tableau 1 donne les valeurs du facteur t pour les niveaux de confiance de 95 % et 99 %, en fonction du nombre de mesures.

Tableau 1 – Distribution t de Student

Nombre d'échantillons	valeur t 95 %	valeur t 99 %		Nombre d'échantillons	valeur t 95 %	valeur t 99 %
2	12,7	63,7		14	2,16	3,01
3	4,3	9,92		15	2,14	2,98
4	3,18	5,84		16	2,13	2,95
5	2,78	4,6		17	2,12	2,92
6	2,57	4,03		18	2,11	2,9
7	2,45	3,71		19	2,1	2,88
8	2,36	3,5		20	2,09	2,86
9	2,31	3,36		21	2,08	2,83
10	2,26	3,25		22	2,075	2,82
11	2,23	3,17		23	2,07	2,81
12	2,2	3,11		24	2,065	2,8
13	2,18	3,05		25	2,06	2,79

3.7 Limites d'incertitude suggérées

Les incertitudes cibles suivantes sont suggérées:

- a) Tension < 1 kV: $\pm 1,5$ %
- b) Tension > 1 kV: $\pm 2,5$ %
- c) Courant < 20 A: $\pm 1,5$ %
- d) Courant > 20 A: $\pm 2,5$ %

Résistance

- e) Masse et continuité: ± 10 %
- f) Isolation: ± 10 %
- g) Fréquence: $\pm 0,2$ %

Durée

- h) Intervalle < 60 s: ± 1 s
- i) Intervalle > 60 s: ± 2 %
- j) Masse < 10 g: $\pm 0,5$ %
- k) Masse 10 g à 100 g: ± 1 %
- l) Masse > 100 g: ± 2 %

- m) Force: $\pm 2 \%$
- n) Dimension < 25 mm: $\pm 0,5 \%$
- o) Dimension > 25 mm: $\pm 0,1 \text{ mm}$
- p) Température < 100 °C: $\pm 1,5 \%$
- q) Température > 100 °C: $\pm 3,5 \%$
- r) Humidité 30 % à 75 % HR: $\pm 5 \%$ HR

Epaisseurs du revêtement métallique

- s) Méthode de rétrodiffusion: $\pm 10 \%$
- t) Microsection: $\pm 2 \mu\text{m}$
- u) Contamination ionique: $\pm 10 \%$

4 C: Méthodes d'essais chimiques

4.1 Essai 5-2C01: Corrosion, flux

4.1.1 Objet

Cette méthode d'essai a été élaborée pour déterminer les propriétés corrosives des résidus de flux dans des conditions environnementales extrêmes. Une pastille de soudure est fusionnée au contact du flux d'essai sur un morceau de feuille métallique d'essai. La soudure est ensuite exposée aux conditions prescrites d'humidité, et la corrosion qui en résulte, le cas échéant, est évaluée visuellement.

4.1.2 Echantillon d'essai

Au moins 0,035 g de solides de flux, 1 g de pâte à braser, 1 g de fil électrique ou 1 g de préforme avec une quantité équivalente de solides. Les solides de flux sont définis comme les résidus issus du contenu solide, l'essai de fluage étant décrit dans le présent 4.1. Tout le solvant doit être évaporé de l'échantillon d'essai par une hotte d'évacuation des fumées chimiques.

4.1.3 Appareils et réactifs

Les appareils et réactifs suivants sont nécessaires:

- a) creuset de métal d'apport;
- b) chambre en atmosphère humide permettant d'obtenir une température de $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $(93 \pm 2) \%$;
- c) four de séchage à circulation d'air;
- d) microscope de minimum 20 $\times$;
- e) produits chimiques: tous les produits chimiques doivent être des réactifs (de pureté élevée, sans pollution) et l'eau doit être distillée ou désionisée: persulfate d'ammonium; acide sulfurique, volume en % (v/v), agent dégraissant; acétone ou éther de pétrole;
- f) balance analytique permettant des pesées au 0,001 g près;
- g) feuille de cuivre de $(0,50 \pm 0,05) \text{ mm}$ d'épaisseur et d'une pureté de 99 %.

4.1.4 Modes opératoires

4.1.4.1 Produits chimiques

- a) Persulfate d'ammonium (25 % m/v dans 0,5 % v/v d'acide sulfurique). Dissoudre 250 g de persulfate d'ammonium dans l'eau, puis ajouter avec précaution 5 ml d'acide sulfurique

(densité 1,84 g/cm³). Mélanger, laisser refroidir, diluer pour obtenir 1 litre, puis mélanger. Il convient que cette solution soit fraîchement préparée.

- b) Acide sulfurique (5 % v/v). Ajouter avec précaution 50 ml d'acide sulfurique dans 400 ml d'eau (densité 1,84 g/cm³). Mélanger, laisser refroidir, diluer pour obtenir 1 litre, puis mélanger.

4.1.4.2 Préparation de l'échantillon d'essai

- a) Couper un morceau de feuille de cuivre de 50 mm × 50 mm pour chaque essai.
- b) Au centre de chaque échantillon d'essai, former une dépression circulaire de 3 mm de profondeur en introduisant une bille en acier de 20 mm de diamètre dans un orifice de 25 mm de diamètre pour former une cuvette.
- c) Plier un coin de chaque échantillon d'essai vers le haut pour faciliter la manipulation à venir avec des pinces.

4.1.4.3 Préconditionnement des échantillons d'essai

Immédiatement avant la réalisation de l'essai, preconditionner les échantillons d'essai en les manipulant à l'aide de pinces propres, comme suit.

- a) Dégraisser à l'aide d'un solvant organique neutre adapté comme l'acétone ou l'éther de pétrole, par exemple.
- b) Immerger dans 5 % d'acide sulfurique (par volume) à (65 ± 5) °C pendant 1 min pour éliminer le film de ternissement.
- c) Immerger dans une solution de 25 % m/v de persulfate d'ammonium (0,5 % v/v d'acide sulfurique) à (23 ± 2) °C pendant 1 min pour assurer une attaque chimique uniforme de la surface.
- d) Nettoyer à l'eau courante pendant 5 s au maximum.
- e) Immerger dans 5 % d'acide sulfurique (par volume) à (23 ± 2) °C pendant 1 min.
- f) Nettoyer pendant 5 s à l'eau courante, puis rincer soigneusement à l'eau désionisée.
- g) Rincer à l'acétone.
- h) Laisser sécher dans un environnement d'air propre.
- i) Utiliser l'échantillon d'essai dès que possible ou stocker pendant 1 h au maximum dans un récipient fermé.

4.1.4.4 Préparation de la soudure d'essai

- a) Peser $(1,00 \pm 0,05)$ g d'échantillon d'essai de soudure pour chaque essai et placer au centre de la dépression de chaque échantillon d'essai.
- b) Dégraisser l'échantillon d'essai de soudure à l'aide d'un solvant organique neutre adapté comme l'acétone ou l'éther de pétrole, par exemple.
- c) La soudure peut se présenter sous la forme de pastilles ou de spirales serrées de fil de soudure.

4.1.4.5 Essai

- a) Chauffer le creuset de métal d'apport de manière à stabiliser le bain de soudure à (235 ± 5) °C dans le cas des alliages Sn63Pb37 et Sn60Pb40 ou à (255 ± 3) °C pour les alliages Sn96,5Ag3Cu0,5, ou (35 ± 3) °C de plus que la température du liquidus pour tous les autres alliages de soudure, selon l'accord passé entre l'utilisateur et le fournisseur. Pour les alliages de soudure autres que Sn63Pb37 et Sn60Pb40, la température du creuset de métal d'apport peut être 40 °C environ plus élevée que celle du liquide de chaque alliage.
- b) Dans le flux liquide, placer 0,035 g de solides de flux dans la dépression de l'échantillon d'essai. Ajouter l'échantillon de soudure.

- c) Pâte à braser, fil fourré ou préforme fourrée. Placer 1 g de pâte à braser, de fil d'apport fourré pour brasage tendre ou de préforme fourrée dans la dépression de l'échantillon d'essai.
- d) Utiliser les pinces pour abaisser chaque échantillon d'essai sur la surface de la brasure fondue.
- e) Laisser l'échantillon d'essai en contact tant que l'échantillon d'essai de soudure de la dépression ne fusionne pas. Maintenir cette condition pendant (5 ± 1) s.
- f) Examiner attentivement l'échantillon d'essai en le grossissant $20\times$ pour établir ensuite une comparaison après exposition à l'humidité. Enregistrer les observations, et plus particulièrement les décolorations.
- g) Préchauffer l'échantillon d'essai à $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$ pendant (30 ± 2) min.
- h) Pré-régler la chambre en atmosphère humide à une température de $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $(93 \pm 2) \%$;
- i) Pendre chaque échantillon d'essai verticalement (et séparément) dans la chambre en atmosphère humide.
- j) Exposer les échantillons d'essais à l'environnement ci-dessus pendant 72 h (3 jours). Les flux M (modérément actif) et H (hautement actif) peuvent être soumis à essai dans des conditions nettoyées et non nettoyées.

4.1.4.6 Evaluation

Examiner attentivement les échantillons d'essai avant de les placer dans la chambre climatique. Noter toutes les décolorations.

A l'issue de la durée appropriée d'exposition, retirer les échantillons d'essai de la chambre en atmosphère humide, les examiner en les grossissant $20\times$ et comparer les observations notées préalablement à l'exposition.

La corrosion est décrite ci-après.

- Excroissances aux interfaces de la limite entre le résidu de flux et le cuivre ou des résidus ou discontinuités des résidus.
- Points blancs discrets ou colorés discrets dans les résidus de flux.

Ne pas tenir compte de la modification initiale de la couleur pouvant se développer lors du chauffage de l'échantillon d'essai réalisé dans le cadre du brasage. En revanche, toute apparition ultérieure d'une décoloration bleu vert avec observation de piqure de l'échantillon d'essai en cuivre est considérée comme de la corrosion.

4.1.5 Information supplémentaire

4.1.5.1 Définition de la corrosion

Pour les besoins de la présente méthode d'essai, la corrosion est définie de la manière suivante: «réaction chimique entre le cuivre, la brasure et les composants des résidus de flux se produisant après brasage et lors de l'exposition aux conditions d'environnement ci-dessus».

Les photos en couleur avant et après l'essai sont des outils précieux pour l'identification de la corrosion.

4.1.5.2 Sécurité

Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

4.2 Essai 5-2C02: Détermination de l'indice d'acide du flux de brasage liquide – Méthodes de titrage potentiométrique et à repérage visuel

4.2.1 Objet

Cette méthode d'essai spécifie deux méthodes de détermination de l'indice d'acide d'un flux de type L, M ou H.

La méthode A est une méthode de titrage potentiométrique et doit être considérée comme la méthode de référence.

La méthode B est une méthode de titrage alternative à repérage visuel.

Voir l'ISO 9455 pour référence.

4.2.2 Echantillon d'essai

Minimum requis de 2,0 g de flux liquide, 10 g de pâte à braser, 150 g de fil d'apport ou 10 g de préformes de soudure.

4.2.3 Appareils et réactifs

4.2.3.1 Généralités

- Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou désionisée.
- Appareils de laboratoire habituels.
- Le terme «M» représente la molarité d'une solution qui est calculée en divisant le nombre de moles du soluté par le nombre de litres de solution; par exemple, 1,00 mole de saccharose (environ 342,3 g) mélangé dans un litre d'eau donne 1,00 M (1,00 mol/l).

4.2.3.2 Méthode de titrage potentiométrique (méthode A)

- Hydroxyde de tétrabutylammonium. 0,1 M (0,1 mol/l). Utiliser une solution type disponible dans le commerce ou une solution préparée à partir d'une solution type concentrée disponible dans le commerce par dilution avec de l'alcool isopropylique. Normaliser cette solution en pesant avec précision la quantité d'acide benzoïque (environ 0,5 g) dissoute dans du diméthylformamide préalablement neutralisé avec du bleu de thymol.
- Alcool isopropylique: neutralisé avec une solution d'hydroxyde de tétrabutylammonium jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.
- Ethanol 96 % par volume: neutralisé avec une solution d'hydroxyde de tétrabutylammonium jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.
- Toluène: neutralisé avec une solution d'hydroxyde de tétrabutylammonium jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.
- Mélange éthanol/toluène: mélanger des volumes égaux d'éthanol 96 % par volume et de toluène.
- Millivoltmètre ou pH-mètre.
- Electrode de verre.
- Electrode au calomel saturé ou électrode au chlorure d'argent/argent.
- Agitateur magnétique ou mécanique avec régulateur de vitesse variable.

4.2.3.3 Méthode de titrage à effet visuel (méthode B)

- Ethanol 96 % par volume: neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, 0,1 M dans de l'alcool, jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.

- b) Toluène: neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, 0,1 M dans de l'alcool, jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.
- c) Mélange éthanol/toluène: mélanger des volumes égaux d'éthanol 96 % par volume et de toluène.
- d) Alcool isopropylique: neutralisé avec de l'hydroxyde de potassium, 0,1 M dans de l'alcool, jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur.
- e) Solution d'hydroxyde de potassium: 0,1 M dans de l'alcool. Utiliser une solution type disponible dans le commerce ou une solution préparée à partir d'une solution type concentrée disponible dans le commerce par dilution avec de l'éthanol. Normaliser cette solution en pesant avec précision la quantité d'acide benzoïque (environ 0,5 g) dissoute dans de l'éthanol.
- f) Solution de l'indicateur phénolphthaléine: Ajouter 1 g de phénolphthaléine dans environ 50 ml de méthanol, puis mélanger. Une fois le mélange dissous, diluer dans 100 ml de méthanol et mélanger.

4.2.4 Modes opératoires

4.2.4.1 Titrage potentiométrique (méthode A)

- a) Déterminer si l'échantillon est soluble dans l'alcool isopropylique, l'éthanol 96 % par volume, le toluène ou le mélange éthanol/toluène en réalisant des expériences préliminaires. Si l'échantillon n'est pas entièrement soluble dans l'un de ces solvants, sélectionner celui dans lequel la dissolution est la plus probante. Si l'échantillon est soluble de manière équivalente dans ces quatre solvants, utiliser l'alcool isopropylique.
- b) Suivre la procédure suivante, à trois reprises, sur l'échantillon de flux.
- c) Peser, à 0,001 g près, entre 2,0 g et 5,0 g de l'échantillon de flux liquide de l'échantillon d'essai en prenant garde d'éviter toute perte de matière volatile lors de la pesée. L'échantillon le plus grand est requis pour les flux solides très faibles. Transférer l'échantillon pesé dans un bécher de forme basse de 250 ml.
- d) Diluer l'échantillon dans 100 ml d'alcool isopropylique, ou du solvant sélectionné, conformément aux caractéristiques de solubilité du flux. Couvrir à l'aide d'un verre de montre et dissoudre le flux en agitant légèrement le mélange.
- e) Placer le bécher sur l'assemblage de titrage avec les électrodes, l'agitateur et la burette correctement positionnés. Ajuster la vitesse de l'agitateur de manière à produire une agitation vigoureuse sans éclaboussures. Titrer avec la solution d'hydroxyde de tétrabutylammonium en ajoutant des quantités de 1 ml et en enregistrant les mesures pH ou mV après chaque ajout. A l'approche du terme, réduire les quantités de solution titrée à 0,1 ml et poursuivre au-delà du terme.
- f) Tracer les valeurs pH ou les autres valeurs potentielles en regard du volume de solution titrée ajoutée pour obtenir la courbe de titrage. Le point d'inflexion de la courbe correspond au terme du titrage.
- g) Réaliser un essai à blanc à l'aide de tous les réactifs à des fins de comparaison.

4.2.4.2 Titrage à effet visuel (méthode B)

- a) Déterminer si l'échantillon est soluble dans l'alcool isopropylique, l'éthanol 96 % par volume, le toluène ou le mélange éthanol/toluène en réalisant des expériences préliminaires. Si l'échantillon n'est pas entièrement soluble dans l'un de ces solvants, sélectionner celui dans lequel la dissolution est la plus probante. Si l'échantillon est soluble de manière équivalente dans ces quatre solvants, utiliser l'éthanol.
- b) Réaliser la procédure suivante, à trois reprises, dans l'échantillon de flux.
- c) Peser, à 0,001 g près, une quantité suffisante d'échantillons de flux correspondant approximativement à 1 g de matière non volatile, conformément à la méthode d'essai 6C03, en prenant garde, pour les échantillons de flux liquide, à éviter toute perte de matière volatile lors de la pesée.

- d) Transférer l'échantillon pesé dans une fiole ou un bécher approprié(e) et ajouter 100 ml du solvant sélectionné. Mélanger jusqu'à dissolution la plus complète possible de l'échantillon. Ne pas chauffer.
- e) Ajouter trois gouttes de l'indicateur phénolphthaléine et titrer avec l'hydroxyde de potassium (voir 4.2.3.3) jusqu'à obtention d'une couleur faiblement rosée de la solution titrée pendant 15 s.
- f) Réaliser un essai à blanc à l'aide de tous les réactifs à des fins de comparaison.

4.2.4.3 Calcul des résultats

- a) L'indice d'acide est exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile, quel que soit l'alcali utilisé pour réaliser le titrage.
- b) L'indice d'acide (exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matière non volatile) est calculé comme suit:

$$\frac{56,11 VM}{mS}$$

où

V est le volume, exprimé en ml, d'alcali utilisé (hydroxyde de tétrabutylammonium pour la méthode A et hydroxyde de potassium pour la méthode B);

M est la molarité de l'alcali utilisé;

m est la masse, exprimée en grammes, de l'échantillon prélevé;

S est le pourcentage de matière non volatile déterminé comme spécifié dans la méthode d'essai 6C03 de la présente norme.

L'indice d'acide (exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de flux) est calculé comme suit:

$$\frac{56,11 VM}{m}$$

L'indice d'acide du flux à l'essai est calculé en faisant la moyenne des résultats obtenus pour chacun des trois échantillons d'essai.

4.2.5 Information supplémentaire

Sécurité: il convient que l'opérateur soit formé et conscient des dangers liés aux produits chimiques utilisés et analysés. Il est recommandé d'utiliser un équipement de sécurité adapté comme des lunettes de protection, des gants et un tablier contre les projections ainsi qu'un système de ventilation adéquat.

4.3 Essai 5-2C03: Indice d'acidité de la colophane

À l'étude.

4.4 Essai 5-2C04: Détermination des halogénures dans les flux, méthode au chromate d'argent

4.4.1 Objet

Cette méthode d'essai consiste à déterminer la présence de chlorure et de bromure dans le flux de brasage en examinant visuellement le flux déposé sur du papier d'essai.

4.4.2 Echantillon d'essai

L'échantillon d'essai doit contenir au moins 100 ml de flux liquide, un récipient représentatif de pâte à braser, de flux en pâte pour la soudure à refusion, de flux extrait des préformes de soudure ou du fil fourré.

4.4.3 Appareils et réactifs

- a) Six morceaux de papier d'essai au chromate d'argent de 51 mm × 51 mm.
- b) 0,25 l de réactif extrêmement pur (non contaminé) d'alcool isopropylique.

4.4.4 Mode opératoire

4.4.4.1 Préparation

- a) Le papier au chromate d'argent est extrêmement sensible à la lumière et doit être stocké dans un récipient fermé à l'abri de toute source lumineuse jusqu'à son utilisation pour l'essai.
- b) Pour éviter toute contamination, le papier doit être manipulé à l'aide de pinces et ne doit jamais entrer en contact avec la peau.

4.4.4.2 Essai pour flux liquide ou solution d'extrait de flux

- a) Déposer une goutte de flux d'essai ou d'extrait de flux (environ 0,05 ml) sur chaque morceau de papier d'essai au chromate d'argent. Laisser la gouttelette au minimum pendant 15 s sur chaque morceau de papier.
- b) Après 15 s, rincer immédiatement chaque morceau de papier d'essai dans de l'alcool isopropylique propre pour retirer les matières organiques résiduelles.
- c) Laisser sécher chaque morceau de papier pendant 10 min puis examiner le changement de couleur.

4.4.4.3 Essai pour flux en pâte ou flux de pâte à braser obtenu de la part du fournisseur

- a) Nettoyer une lame de microscope en verre à l'aide d'alcool isopropylique et laisser sécher à l'air libre.
- b) Humidifier à l'eau désionisée un morceau de papier d'essai au chromate d'argent d'une taille adaptée.
- c) Déposer le papier humide sur la lame en verre et retirer l'excès d'eau à l'aide d'un papier buvard.
- d) A l'aide d'une spatule, appliquer une fine couche de flux en pâte ou de flux de pâte à braser directement sur le papier d'essai humide.
- e) Laisser le flux en pâte ou le flux de pâte à braser au contact du papier pendant 1 min, puis retirer le flux avec de l'alcool isopropylique sans endommager le papier.

4.4.5 Evaluation

Examiner attentivement chaque morceau de papier d'essai pour détecter un éventuel changement de couleur. Si la couleur devient blanc cassé ou jaune blanc, cela indique la présence de chlorure ou de bromure (voir la Figure 1).

Interférences:

- a) Plusieurs produits chimiques peuvent provoquer des défaillances d'essai. (On peut citer comme exemples représentatifs, sans que la liste soit exhaustive, les amines, les cyanures, les isocyanates, etc.);
- b) Certaines solutions acides peuvent entraîner une réaction avec le papier d'essai qui donne une couleur similaire à celle obtenue lors de la présence de chlorures et bromures. Lorsqu'un changement de couleur est détecté, il est recommandé de vérifier l'acidité de la zone affectée à l'aide d'un papier indicateur de pH. Si les valeurs de pH sont inférieures à

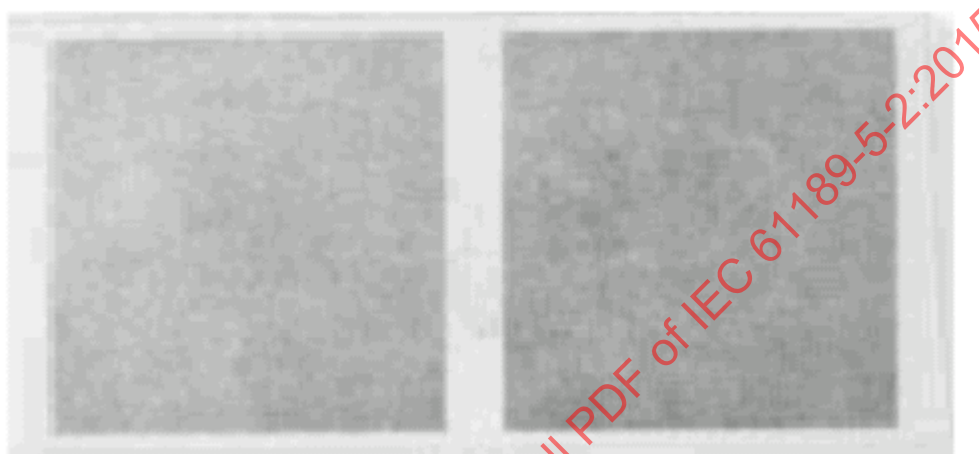
3, il convient de vérifier la présence de chlorures et de bromures par d'autres moyens d'analyse.

4.4.6 Information supplémentaire

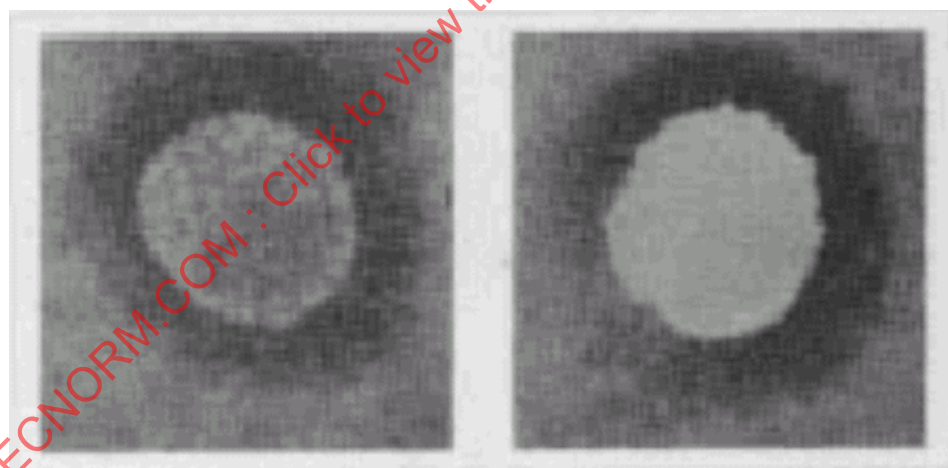
Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

Source pour le papier d'essai au chromate d'argent:

Quantek, PO Box 136, Lyndhurst, NJ 07071, (201) 935-4103



IEC

REUSITE

IEC

ECHEC

Figure 1 – Résultats d'essai aux chlorures et/ou bromures

4.5 Essai 5-2C05: Matières solides du flux

4.5.1 Objet

Cette méthode d'essai consiste à déterminer la quantité de matières solides dans le flux liquide après évaporation des produits chimiques volatiles; généralement au moins 15 % du poids.

4.5.2 Echantillon d'essai

L'échantillon d'essai doit contenir au moins 6 g de flux liquide ou de flux extrait de la pâte à braser, des préformes de soudure ou du fil fourré par essai.

4.5.3 Appareils et réactifs

- a) Four de séchage à circulation d'air capable de maintenir une température de $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- b) Balance analytique permettant des pesées à 0,000 1 g près;
- c) Pipettes en verre;
- d) Boîtes de Pétri en verre d'une capacité de 30 ml;
- e) Gel de silice déshydratant, ou équivalent, dans un dessiccateur en verre.

4.5.4 Modes opératoires

4.5.4.1 Instruction

Réaliser la procédure suivante à trois reprises

4.5.4.2 Préparation

- a) Sécher trois boîtes de Pétri en verre vides dans le four de séchage, puis les refroidir dans le dessiccateur à température ambiante.
- b) Peser chaque boîte à 0,001 g près.

4.5.4.3 Essai

- a) Introduire environ 6 g de l'échantillon de flux d'essai à la pipette dans chaque boîte de Pétri et les peser à 0,001 g près.
- b) Chauffer les boîtes dans le four de séchage pendant 1 h, puis les peser de nouveau après avoir attendu que les échantillons redescendent à la température ambiante.
- c) Répéter cette procédure de chauffage et de séchage jusqu'à l'obtention d'un poids constant proche de 0,005 g.

4.5.5 Evaluation

Calculer les matières solides résiduelles comme suit:

$$C_s = \frac{100 \times m_2}{m_1}$$

où

C_s sont les matières solides résiduelles;

m_2 est la masse de résidu après séchage, exprimée en g;

m_1 est la masse de l'échantillon de flux d'essai d'origine, exprimée en g.

4.5.6 Information supplémentaire

4.5.6.1 Taille d'échantillon

Pour obtenir des données précises sur les flux à faibles matières solides (<15 %), il peut être nécessaire d'utiliser des échantillons plus grands.

4.5.6.2 Sécurité

Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

4.6 Essai 5-2C06: Détermination de la quantité d'halogénures dans les flux (chlorure et bromure)

4.6.1 Objet

Cette méthode d'essai consiste à déterminer la quantité d'halogénures dans les flux pouvant être assimilée aux chlorures et bromures. La quantité d'halogénures correspond au pourcentage de poids du chlorure dans la portion solide (non volatile) du flux ou au milliéquivalent par gramme de matières solides. Un échantillon de flux ou d'extrait de flux est titré jusqu'au terme, et le pourcentage de chlorure ou le meq/g d'halogénures est calculé.

La méthode A est une méthode alternative de titrage à effet visuel.

La méthode B est une méthode de titrage potentiométrique.

4.6.2 Echantillon d'essai

4.6.2.1 Titrage à effet visuel (méthode A)

Un minimum de 100 ml de flux liquide, de 10 ml à 50 ml d'extrait de flux à matières solides connues provenant de la pâte à braser, des préformes de soudure ou du fil fourré.

4.6.2.2 Méthode de titrage potentiométrique (méthode B)

Un minimum de 200 ml de flux liquide, contenant $(5,0 \pm 0,1)$ g de flux à matières solides connues provenant de la pâte à braser, des préformes de soudure ou du fil fourré.

4.6.3 Appareils et réactifs

4.6.3.1 Généralités

- Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou désionisée.
- Appareils de laboratoire habituels.
- Le terme «M» représente la molarité d'une solution qui est calculée en divisant le nombre de moles du soluté par le nombre de litres de solution; par exemple, 1,00 mole de saccharose (environ 342,3 g) mélangé dans un litre d'eau donne 1,00 M (1,00 mol/l).

Une solution normale (N) contient 1 g de soluté par litre de solution.

Une solution molaire (M) contient 1 mole de soluté par litre de solution.

Exemples:

Une solution de chlorure de sodium (NaCl) de 0,2 M contient 0,2 mole de NaCl par litre.

Une solution de NaCl de 3 N contient 3 moles de NaCl par litre.

4.6.3.2 Titrage à effet visuel (méthode A)

- plaque chauffante avec agitateur magnétique.
- balance analytique permettant une lecture au 0,001 g près;
- pipettes;
- burettes;
- béchers de 100 ml en verre Pyrex^{®1};
- entonnoir à décantation de 125 ml;

¹ Pyrex est l'appellation commerciale d'un produit distribué par Corning Incorporate ou les détenteurs de la licence. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente norme et ne signifie nullement que l'IEC approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

- g) ballons d'Erlenmeyer de 125 ml;
- h) ballons jaugés de 1 000 ml;
- i) 0,1 N de nitrate d'argent, type: dissoudre 17,000 g de nitrate d'argent dans de l'eau désionisée et diluer à 1 000 ml dans un ballon jaugé;
- j) hydroxyde de sodium 1 M (1 mol/l): 40,0 g d'hydroxyde de sodium dilués à 1 000 ml avec de l'eau désionisée dans un ballon jaugé;
- k) acide nitrique 0,2 M (0,2 mol/l): ajouter 12,6 ml d'acide nitrique (16 M) concentré dans de l'eau désionisée et diluer à 1 000 ml dans un ballon jaugé;
- l) chromate de potassium 1 M (1 mol/l): 194 g dilués à 1 000 ml avec de l'eau désionisée dans un ballon jaugé;
- m) solution de phénolphthaléine 0,03 M (0,03 mol/l) (réactif pur);
- n) chloroforme (réactif pur);
- o) eau désionisée.

4.6.3.3 Titrage potentiométrique (méthode B)

- a) millivoltmètre;
- b) hydroxyde de potassium d'électrode – électrodes platine, platine-platine ou nitrate d'argent-argent;
- c) agitateur magnétique – nombre de révolutions réglable;
- d) séchoir réglable jusqu'à une température de $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$ et capable de maintenir cette température dans les limites de tolérance;
- e) balance avec une sensibilité à 0,000 1 g près;
- f) dispositif d'essai à usage général;
- g) matières premières à usage général – réactif d'analyse et eau désionisée uniquement;
- h) alcool isopropylique (réactif pur);
- i) solution de nitrate d'argent standard N/20 (0,05 M) disponible sur le marché ou solution fabriquée comme suit: dissoudre 8,494 g de nitrate d'argent extrêmement purs dans de l'eau désionisée et diluer à 1 000 ml dans un ballon jaugé.

4.6.4 Mode opératoire

4.6.4.1 Titrage à effet visuel (méthode A)

4.6.4.1.1 Préparation de l'échantillon de flux de colophane/résine

- a) Dans un bécher taré de 100 ml, peser précisément entre 3 g et 5 g de l'échantillon de flux à l'aide d'une balance analytique.
- b) Transférer l'échantillon quantifié dans un entonnoir à décanter de 125 ml à l'aide de trois aliquotes de 10 ml de chloroforme.
- c) Ajouter 15 ml d'eau désionisée dans l'entonnoir et le secouer pendant 10 s.
- d) Laisser l'entonnoir en position verticale jusqu'à ce que les couches soient entièrement séparées.
- e) Retirer la couche inférieure (chloroforme) dans un bécher et le garder pour la prochaine extraction.
- f) Transférer la couche supérieure (eau) dans un ballon d'Erlenmeyer de 125 ml.
- g) Transférer la couche de chloroforme du bécher dans l'entonnoir et répéter l'extraction avec 15 ml d'eau à deux reprises, en ajoutant à chaque fois la portion d'extrait d'eau dans le ballon.
- h) Chauffer l'extrait d'eau dans le ballon d'Erlenmeyer dans un bain-marie pour dégager le chloroforme qui peut encore être présent.
- i) Ne pas chauffer au-delà de 80 °C. Laisser la solution refroidir à température ambiante.

4.6.4.1.2 Préparation de l'échantillon de flux organique et inorganique

- a) Dans un ballon d'Erlenmeyer taré de 125 ml, peser précisément entre 3 g et 5 g de l'échantillon de flux à l'aide d'une balance analytique.
- b) Ajouter 50 ml d'eau désionisée.
- c) Ajouter deux gouttes de solution de phénolphtaléine 0,03 M dans le ballon d'Erlenmeyer.
- d) Ajouter de l'hydroxyde de sodium 1 M jusqu'à ce que la solution devienne de couleur rouge. Ajouter de l'acide nitrique 0,2 M goutte par goutte jusqu'à ce que la couleur rouge soit totalement libérée.
- e) Diluer à environ 60 ml avec de l'eau désionisée.
- f) Ajouter six gouttes de chromate de potassium 1 M et titrer avec du nitrate d'argent 0,1 N jusqu'à l'apparition de la couleur rouge-brun marquant la fin du dosage.

4.6.4.2 Méthode de titrage potentiométrique (méthode B)

4.6.4.2.1 Mode opératoire de flux de brasage en résine

- a) Utiliser le produit séché lui-même comme élément d'essai après l'avoir lavé en surface avec de l'acétone et rincé d'abord à l'eau désionisée, puis à l'alcool isopropylique.
- b) Mesurer et couper le métal d'apport pour brasage afin d'obtenir $(5,0 \pm 0,1)$ g de flux, puis le couper en fragments de 2 mm à 3 mm de longueur.
- c) Mesurer la masse avec une précision à 0,001 g près et placer les fragments dans un bécher de 300 ml, puis ajouter 50 ml d'alcool isopropylique.
- d) Secouer le bécher pendant environ 15 min à température ambiante en le recouvrant d'une coupelle, pour extraire le flux. Une fois le flux entièrement dissous, verser en douceur le liquide surnageant dans un bécher de 300 ml.
- e) Rincer les fragments de brasage à deux ou trois reprises avec 30 ml d'alcool isopropylique. Ajouter ensuite cette solution rincée dans la solution extraite, pour atteindre un volume total de 200 ml, utilisé comme échantillon d'essai.
- f) Les fragments de brasage doivent sécher pendant 1 h dans un séchoir à (100 ± 5) °C.
- g) Après avoir laissé refroidir, mesurer la masse avec une précision à 0,001 g près. La différence entre la masse calculée en début de procédure et celle des fragments de brasage après extraction du flux doit correspondre à la masse du flux.
- h) Placer une électrode dans le bécher et le placer dans un agitateur magnétique. Mélanger vigoureusement en évitant les éclaboussures et titrer avec la solution type de nitrate d'argent.
- i) Mesurer le potentiel tous les 1 ml, lire le potentiel tous les 0,1 ml jusqu'à la fin du titrage. Le point identifiant un net changement de potentiel doit correspondre au terme. Un essai à blanc doit être réalisé en suivant l'ensemble de cette procédure à des fins de comparaison.

4.6.4.2.2 Pâte à braser, flux liquide et flux solide

- a) Mesurer une masse de $(5,0 \pm 0,1)$ g de flux avec une précision à 0,001 g près et la placer dans un bécher de 300 ml.
- b) Ajouter 200 ml d'alcool isopropylique et mélanger à température ambiante pour extraire un maximum de flux. Cette solution correspond à l'échantillon d'essai.
- c) Placer une électrode dans le bécher puis placer le bécher dans un agitateur magnétique. Mélanger vigoureusement en évitant les éclaboussures et titrer avec la solution type de nitrate d'argent.
- d) Mesurer le potentiel tous les 1 ml, et lire le potentiel tous les 0,1 ml jusqu'à la fin du titrage. Le point identifiant un net changement de potentiel doit correspondre au terme. Un essai à blanc doit être réalisé en suivant l'ensemble de cette procédure à des fins de comparaison.

Il convient d'appliquer cette masse d'échantillons aux brasages contenant des halogénures à plus de 0,1 % à 1,0 %. Pour tous les brasages contenant des halogénures à ces pourcentages ou supérieurs, il convient d'appliquer les chiffres du Tableau 2.

Tableau 2 – Relation entre les halogénures et la masse de l'échantillon

Halogénures en % de la masse	0,05 ou inférieur	Supérieur à 0,05 0,1 ou inférieur	Supérieur à 0,1 1,0 ou inférieur	Supérieur à 0,1
Masse de l'échantillon (g)	50	20	5	1

4.6.5 Calculs

4.6.5.1 Titrage à effet visuel (méthode A)

Calculer le pourcentage d'halogénures, tels que les chlorures, en fonction des matières solides du flux, à l'aide de la formule suivante:

$$\text{Halogénures, en \% de chlorures} = \frac{3,55 \, VN \times 100}{mS}$$

Calculer le milliéquivalent d'halogénures par gramme de matières solides (non volatiles) de flux à l'aide de la formule suivante:

$$\text{Halogénures, en meq/g de matières solides} = \frac{V \times N \times 100}{mS}$$

où

V correspond au volume de nitrate d'argent 0,1 N, exprimé en ml;

N correspond à la normalité de la solution de nitrate d'argent;

m correspond à la masse de l'échantillon de flux, exprimée en g;

S correspond au pourcentage de matières solides (non volatiles) du flux.

4.6.5.2 Méthode de titrage potentiométrique (méthode B)

Les halogénures doivent être exprimés par le contenu de chlorure (% de la masse) et doivent être calculés par la formule suivante:

$$H = \frac{3,55 \times Mn \times fn \times Vn}{m}$$

où

H correspond au contenu de chlorure dans le flux (% de la masse);

Vn correspond au volume du nitrate d'argent (ml);

Mn correspond à la concentration du nitrate d'argent (mol/l);

fn correspond à l'indice de puissance du nitrate d'argent (voir note);

m correspond à la masse de l'échantillon (g).

Les halogénures doivent être exprimés par l'indice moyen du contenu de chlorure dans le flux, mesuré dans trois échantillons.

L'indice de puissance est déterminé de la manière suivante: mesurer 2,922 g de chlorure de sodium (réactif pur) avec une précision à 0,001 g près et l'ajouter dans un ballon de 1 000 ml

pour le diluer avec de l'eau désionisée jusqu'à l'échelle graduée. Verser exactement 20 ml de cette solution dans un bécher de 300 ml et titrer avec du nitrate d'argent en suivant la même procédure que celle mentionnée précédemment. L'indice de puissance de la solution de nitrate d'argent peut ensuite être calculé à l'aide de la formule suivante:

$$f_n = \frac{20,0 \times m}{y \times 2,922}$$

où

m correspond à la masse du chlorure de sodium de classe spéciale (g);

y correspond au volume du nitrate d'argent titré (M).

4.6.6 Rapport

La quantité d'halogénures correspond au pourcentage de poids du chlorure dans la portion solide (non volatile) du flux ou au milliéquivalent par gramme de matières solides. Un échantillon du flux ou d'extrait de flux est titré jusqu'au terme et le pourcentage de chlorure ou les milligrammes d'halogénures sont calculés.

4.6.7 Information supplémentaire

Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

4.7 Essai 5-2C07: Analyse qualitative des fluorures et des flux par essai à la goutte

4.7.1 Objet

Cette méthode d'essai consiste à déterminer la présence de fluorure(s) dans le flux de brasage en examinant visuellement une goutte de flux liquide d'essai déposée dans une solution violette à base de zirconium et d'alizarine.

4.7.2 Échantillon d'essai

- Au minimum 10 ml d'un échantillon du flux liquide, du flux de pâte à braser, du flux en pâte ou d'extrait de flux provenant des préformes ou du fil, fourni dans un récipient en verre propre ou nouveau.
- Pour le flux en pâte ou le flux de pâte à braser, diluer l'échantillon dans de l'alcool isopropylique ou un autre solvant adapté. Il convient d'utiliser un solvant miscible avec l'eau pour la dilution/l'extraction.

4.7.3 Appareils et réactifs

4.7.3.1 Appareils

- Plaque à godets pour essais;
- Compte-gouttes en verre;
- Baguettes en verre.

4.7.3.2 Réactifs

- Solution de nitrate de zirconium: 0,05 g dissous dans 50 ml d'eau désionisée;
- Solution de sulfate d'alizarine de sodium: 0,05 g dissous dans 50 ml d'eau désionisée.

4.7.4 Mode opératoire

4.7.4.1 Préparation

Préparer une solution violette fraîche de zirconium et d'alizarine dans trois godets de la plaque blanche en ajoutant dans chaque godet une goutte de la solution de nitrate de zirconium et une goutte de la solution de sulfate d'alizarine de sodium.

4.7.4.2 Essai

- a) Ajouter une goutte du flux d'essai dans chaque godet.
- b) Mélanger dans chaque godet à l'aide d'une baguette en verre propre.
- c) Analyser tout changement de couleur.

4.7.4.3 Evaluation

Si la couleur de la solution change du violet au jaune, cela indique la présence de fluorure(s).

4.7.4.4 Information supplémentaire

Sécurité: Observer toutes les précautions nécessaires stipulées dans les fiches de données de sécurité (FDS) pour les produits chimiques concernés par la présente méthode d'essai.

4.8 Essai 5-2C08: Détermination quantitative de la concentration de fluorures dans les flux

4.8.1 Objet

Cette méthode d'essai consiste à déterminer la concentration de fluorures dans le flux de brasage. Le contenu de fluorures est indiqué comme pourcentage de poids de fluorures par rapport à la portion de matières non volatiles dans le flux. Pour le déterminer, des électrodes ioniques spécifiques sont utilisées.

4.8.2 Echantillon d'essai

- a) Un minimum de 100 ml d'un échantillon de flux de colophane liquide ou de la solution de flux préparée fournie dans un récipient propre ou nouveau;
- b) Pour le flux en pâte et le flux de pâte à braser, 100 ml de matériau dilué;
- c) Pour la préforme et le fil fourré, 100 ml de matériau extrait.

4.8.3 Appareils et réactifs

4.8.3.1 Appareils

- a) Analyseur d'ions à calibration automatique;
- b) Electrode spécifique au fluorure;
- c) Electrode de référence à double jonction;
- d) Agitateur magnétique et barreaux aimantés;
- e) Bêchers de 250 ml et 500 ml en verre ou polypropylène;
- f) Support pour entonnoir et entonnoir;
- g) Epruvettes graduées de 50 ml;
- h) Ballons jaugés de 100 ml et 1 000 ml;
- i) Pipettes de 10 ml et 100 ml;
- j) Balance analytique permettant des pesées au 0,001 g près.

4.8.3.2 Réactifs

- a) Eau désionisée.

- b) Fluorure de sodium, réactif pur (extrêmement pur et non contaminé);
- c) Chloroforme, réactif pur;
- d) Solution d'analyse au fluorure;
- e) Papier filtre sans cendres.

4.8.4 Mode opératoire

4.8.4.1 Préparation de l'échantillon: flux soluble dans l'eau

Selon la concentration de fluorures attendue, utiliser les quantités d'échantillons et d'eau désionisée suivantes spécifiées dans le Tableau 3.

Tableau 3 – Rapport de mélange pour la taille de l'échantillon et la quantité d'eau

Fluorure ppm	Echantillon ml	Eau désionisée ml
0,1 – 0,0	25	50
1,0 – 10,0	5	50

- a) Prendre le bécher et y ajouter l'échantillon; noter le poids du flux, avec une précision à 0,001 g près.
- b) Ajouter l'eau désionisée et mélanger à l'aide de l'agitateur pendant 10 min; puis arrêter l'agitateur et laisser reposer pendant 5 min.
- c) Laisser décanter la solution dans un bécher propre à l'aide d'un entonnoir avec papier filtre. Laisser l'échantillon s'égoutter entièrement.

4.8.4.2 Préparation de l'échantillon: flux insoluble dans l'eau

Selon la concentration de fluorures attendue, utiliser les quantités d'échantillons et de chloroforme suivantes spécifiées dans le Tableau 4.

Tableau 4 – Rapport de mélange pour la taille de l'échantillon et la quantité de chloroforme

Fluorure ppm	Echantillon ml	Chloroforme ml
0,1 – 1,0	25	25
1,0 – 10,0	5	5

- a) Prendre le bécher et y ajouter l'échantillon; noter le poids du flux, avec une précision à 0,001 g près.
- b) Ajouter le chloroforme et 50 ml d'eau désionisée, puis mélanger à l'aide de l'agitateur pendant 10 min; arrêter ensuite l'agitateur et laisser reposer pendant 5 min.
- c) Laisser décanter la solution d'eau dans un bécher propre à l'aide d'un entonnoir avec papier filtre. Laisser l'échantillon s'égoutter entièrement.

4.8.4.3 Solutions types

- a) Fluorure 10^{-6} (0,001 %): Cette solution type peut être achetée prête à l'emploi ou bien préparée comme suit. Peser 0,022 1 g de réactif pur NaF (séché à 140 °C). Ajouter 500 ml d'eau désionisée. Diluer à 1 l dans un ballon jaugé.
- b) Fluorure $1,0^{-6}$ (0,000 1 %): Cette solution type peut être achetée prête à l'emploi ou bien préparée comme suit. Peser 0,002 3 g de réactif pur NaF (séché à 140 °C). Ajouter 500 ml d'eau désionisée. Diluer à 1 l dans un ballon jaugé. Une autre méthode consiste à

diluer 100 ml, 10^{-6} de fluorure type avec 450 ml d'eau désionisée, puis de diluer à 1 l dans un ballon jaugé.

- c) Fluorure $0,1^{-6}$ (0,000 01 %). Cette solution type est préparée en diluant 100 ml, $1,0^{-6}$ de fluorure type avec 450 ml d'eau désionisée, puis en diluant à 1 l dans un ballon jaugé. Une autre méthode consiste à diluer 10 ml, 10^{-6} de fluorure type avec 495 ml d'eau désionisée, puis de diluer à 1 l dans un ballon jaugé.

4.8.4.4 Solutions de remplissage de l'électrode à double référence

- a) Solution de remplissage de la chambre interne (verte): solution saturée en chlorure d'argent (AgCl).
- b) Solution de remplissage de la chambre externe: solution à 10 % de nitrate de potassium (KNO_3).

4.8.4.5 Essai

- a) Pour obtenir des résultats précis, appliquer la même température à tous les échantillons et solutions types avant d'effectuer les mesures. Mélanger les échantillons et les solutions types pendant la mesure.
- b) Préparer deux solutions types avec une concentration différente par un facteur de 10. Il convient que les solutions types englobent la concentration d'échantillon attendue. Sélectionner le mode concentration et la fonction STD 1. Pour sélectionner les chiffres, appuyer sur la touche X10 autant de fois que nécessaire.
- c) Diluer 50 ml des deux solutions types dans 50 ml chacune d'eau désionisée.
- d) Pendant le mélange dans l'agitateur magnétique, immerger les électrodes dans la solution type la plus diluée. Ajuster l'écran à l'aide des flèches ou des touches X10 pour atteindre la valeur souhaitée. Lorsque «Ready» s'affiche, appuyer sur «Enter». L'écran passe automatiquement à la fonction STD 2.
- e) Retirer les électrodes et les rincer dans de l'eau désionisée. Immerger les électrodes dans la solution type avec la concentration la plus élevée. Ajuster l'écran afin de lire la valeur correcte pour STD 2. Lorsque «Ready» s'affiche, appuyer sur «Enter». L'écran passe automatiquement à la fonction «Sample» (échantillon).
- f) Ajouter 25 ml de tampon d'ajustement de la force ionique totale dans l'échantillon préparé à l'aide de la procédure pour le flux soluble dans l'eau. Immerger les électrodes tout en mélangeant. Lorsque «Ready» s'affiche, noter la valeur indiquée.

4.8.4.6 Evaluation

La valeur indiquée correspond aux parties par million ($^{-6}$) de fluorure. Pour obtenir le pourcentage de poids de fluorure par rapport au pourcentage de contenu non volatile, utiliser la formule suivante:

$$\% \text{ de fluorure dans matières solides} = \frac{I}{(mS) 100}$$

où

I correspond à la valeur indiquée en parties par million;

m correspond à la masse de l'échantillon de flux, exprimée en g;

S correspond au pourcentage de matières solides (chimiques non volatile) dans le flux.

4.8.5 Information supplémentaire

4.8.5.1 Etalonnage et limites

- a) Il convient d'effectuer un nouvel étalonnage à intervalle de quelques heures pour compenser les dérives d'électrode.
- b) La reproductibilité est généralement obtenue à ± 2 % avec l'étalonnage toutes les heures. Les fluctuations de température, les dérives et les bruits réduisent la reproductibilité.